



TUGAS AKHIR - TL141584

PENGARUH TEMPERATUR HIDROTHERMAL  
PADA PROSES SINTESIS  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *NANOWIRE*  
TERHADAP PERFORMA ELEKTROKIMIA  
BATERAI ION LITHIUM

Wira Rosadi May Saka  
NRP. 2712 100 032

Dosen Pembimbing  
Dr. Lukman Noerochim, S.T, M.Sc.Eng

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2016



FINAL PROJECT - TL141584

THE EFFECT OF HYDROTHERMAL  
TEMPERATURE ON THE PROCESS OF  
 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *NANOWIRE* TOWARDS  
ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE OF  
LITHIUM ION BATTERY

Wira Rosadi May Saka  
NRP. 2712 100 032

Advisor  
Dr. Lukman Noerochim, S.T, M.Sc.Eng

Department of Materials and Metallurgical Engineering  
Faculty of Industrial Technology  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2016

**Pengaruh Temperatur Hidrotermal pada Proses Sintesis  
 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  Nanowire terhadap Performa Elektrokimia Baterai  
Ion Lithium**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik  
pada  
Bidang Studi Material Inovatif  
Program Studi S-1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

**WIRA ROSADI MAY SAKA**

NRP. 2712 100 032

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

Dr. Lukman Noerochim, S.T, M.Sc.Eng.....(Pembimbing)



*(halaman ini sengaja dikosongkan)*

# **Pengaruh Temperatur Hidrotermal pada Proses Sintesis $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ *Nanowire* terhadap Performa Elektrokimia Baterai Ion Lithium**

Nama : Wira Rosadi May Saka  
NRP : 2712100032  
Jurusan : Teknik Material dan Metalurgi  
Pembimbing : Dr. Lukman Noerochim, S.T, M.Sc.Eng.

## **Abstrak**

Pada penelitian ini telah berhasil dilakukan sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dengan menggunakan prekursor  $\text{TiO}_2$  anatase dan NaOH melalui metode hidrotermal. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan variasi temperatur hidrotermal, yaitu 180°C, 200°C, dan 220°C dan waktu *holding* 18 jam. Hasil uji *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa terbentuk dua fasa  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dan  $\text{TiO}_2$  yang sesuai dengan JCPDS No.00-49-0207. Dari uji *Scanning Electron Microscope* (SEM) terlihat struktur morfologi  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  berupa *nanowire* dengan panjang 1  $\mu\text{m}$ -5  $\mu\text{m}$  dan diameter 11 nm-60 nm. Hasil uji performa elektrokimia menunjukkan bahwa material  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  memiliki nilai kapasitas spesifik terbesar pada temperatur 200°C yang nilainya sebesar 93.222 mAh/g. Hal ini menunjukkan bahwa sampel dengan temperatur 200°C memiliki nilai ketahanan kapasitas paling baik, karena memiliki nilai kapasitas spesifik paling tinggi. Pada uji *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS), nilai  $R_{ct}$  terendah terdapat pada temperatur 220°C sebesar 55.2 Ohm. Hal ini tidak bersesuaian dengan hasil uji XRD, dimana seharusnya sampel dengan temperatur 200°C yang memiliki nilai  $R_{ct}$  terendah. Namun, secara keseluruhan, anoda  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dengan temperatur hidrotermal 200°C memiliki potensi besar sebagai material anoda untuk baterai ion lithium.

**Kata kunci :** Baterai Li-ion, Hidrotermal,  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ , *Nanowire*

*(halaman ini sengaja dikosongkan)*

# **The Effect of Hydrothermal Temperature on the Process of $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ Nanowire towards Electrochemical Performance of Lithium Ion Battery**

Name : Wira Rosadi May Saka  
Student's ID : 2712100032  
Department : Materials and Metallurgical Engineering  
Advisor : Dr. Lukman Noerochim, S.T, M.Sc.Eng.

## **Abstract**

In this research has been successfully synthesized  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  by using a precursor  $\text{TiO}_2$  anatase and  $\text{NaOH}$  through hydrothermal method. This research was conducted using hydrothermal temperature variation, ie  $180^\circ\text{C}$ ,  $200^\circ\text{C}$  and  $220^\circ\text{C}$  and with the holding time to 18 hours. The result of X-Ray Diffraction (XRD) showed that the two phases are formed  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  and  $\text{TiO}_2$  corresponding to JCPDS No.00-49-0207. From the test of Scanning Electron Microscope (SEM),  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  has visible morphological structure in the form of a nanowire with a length of  $1\text{ }\mu\text{m}$ - $5\text{ }\mu\text{m}$  and a diameter of  $11\text{ nm}$ - $60\text{ nm}$ . The test results show that the electrochemical performance of the material  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  have the greatest specific capacity values at a temperature of  $200^\circ\text{C}$  with a value of  $93.222\text{ mAh/g}$ . This shows that the samples with temperature  $200^\circ\text{C}$  have good resistance values in the highest capacity, because it has the highest specific capacity. On the test of Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS), the lowest  $R_{ct}$  values are at a temperature of  $220^\circ\text{C}$  for  $55.2\text{ Ohm}$ . This is inconsistent with the test results of XRD, which is should sample at  $200^\circ\text{C}$  temperature that has the lowest  $R_{ct}$  value. However, overall, the anode  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  with hydrothermal temperature  $200^\circ\text{C}$  has great potential as an anode material for lithium ion batteries.

**Key word :** Hydrothermal, Li-ion Battery,  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ , Nanowire

*(halaman ini sengaja dikosongkan)*



## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
LEMBAR PENGESAHAN .....	ii
ABSTRAK .....	iv
ABSTRACT .....	vi
KATA PENGANTAR .....	viii
DAFTAR ISI .....	x
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR TABEL .....	xiv
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	4
1.4 Tujuan Penelitian .....	4
1.5 Manfaat Penelitian .....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1 Baterai .....	5
2.2 Baterai Ion Lithium .....	7
2.3 Karakteristik Anoda $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .....	11
2.3.1 Karakteristik Struktur Kristal $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .....	12
2.3.2 Sifat Termodinamika $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .....	14
2.3.3 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ <i>nanowire</i> .....	14
2.3.4 Kelebihan dan Kekurangan $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .....	15
2.4 Proses Sintesis $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .....	16
2.4.1 Metode Hidrotermal .....	16
2.4.2 Proses Kalsinasi .....	18
2.5 Bahan Dasar Pembentuk $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .....	19
2.5.1 $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ .....	19
2.5.2 $\text{TiO}_2$ (Titanium Oksida) .....	20
2.6 Penelitian Sebelumnya yang Menggunakan Metode Hidrotermal pada Proses Sintesis $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ ...	21
BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....	26
3.1 Alat dan Bahan penelitian .....	26
3.1.1 Bahan Penelitian .....	26

3.1.2 Peralatan dan Pengujian .....	27
3.2 Diagram Alir Penelitian .....	28
3.2.1 Sintesis $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ (LTO) .....	28
3.2.2 Pengujian $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ (LTO).....	30
3.3 Metode Penelitian .....	30
3.3.1 Preparasi Prekursor .....	30
3.3.2 Proses Hidrotermal 1 .....	31
3.3.3 Proses <i>Ion Exchange</i> .....	32
3.3.4 Proses Hidrotermal 2 .....	32
3.3.5 Proses Kalsinasi.....	33
3.3.6 Pembuatan Slurry Anoda $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ <i>nanowire</i> ...	33
3.3.7 Assembly Baterai Ion Lithium ( <i>half cell</i> ).....	34
3.4 Pengujian Karakterisasi Material .....	35
3.4.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	35
3.4.2 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	37
3.5 Pengujian Performa Elektrokimia .....	38
3.5.1 Pengujian <i>Cyclic Voltametry</i> (CV).....	38
3.5.2 Pengujian <i>Galvanostatic charge-discharge</i> (CD)40	
3.5.3 Pengujian <i>Electrochemical Impedance Spectroscopy</i> (EIS) .....	41
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN.....	43
4.1 Analisa Hasil Karakterisasi Material.....	43
4.1.1 Analisa Hasil Karakterisasi XRD.....	43
4.1.2 Analisa Hasil Karakterisasi SEM.....	48
4.2 Analisa Hasil Pengujian Performa Elektrokimia.....	50
4.2.1 Analisa Hasil Pengujian CV.....	50
4.2.2 Analisa Hasil Pengujian CD.....	53
4.2.3 Analisa Hasil Pengujian EIS .....	59
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....	61
5.1 Kesimpulan .....	61
5.2 Saran .....	61
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	
BIODATA PENULIS	

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b> Perbandingan beberapa jenis baterai .....	8
<b>Tabel 2.2</b> Spesifikasi LiOH .....	19
<b>Tabel 2.3</b> Penelitian Sebelumnya yang Menggunakan Metode Hidrotermal .....	22
<b>Tabel 3.1</b> Hasil Informasi dari XRD.....	36
<b>Tabel 4.1</b> Pengaruh temperatur hidrotermal $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ terhadap parameter kisi hasil sintesis.....	46
<b>Tabel 4.2</b> Hasil perhitungan ukuran kristal (D) dengan variasi temperatur hidrotermal $180^\circ\text{C}$ , $200^\circ\text{C}$ dan $220^\circ\text{C}$ ....	47
<b>Tabel 4.3</b> Distribusi ukuran partikel berdasarkan hasil SEM ..	49
<b>Tabel 4.4</b> Puncak arus oksidasi dan reduksi pada pengujian CV .....	53
<b>Tabel 4.5</b> Hasil pengujian charge/discharge pada sampel $180^\circ\text{C}$ , $200^\circ\text{C}$ , dan $220^\circ\text{C}$ sebanyak 30 siklus pada 0.1C.....	56
<b>Tabel 4.6</b> Hasil pengujian charge/discharge pada sampel $180^\circ\text{C}$ , $200^\circ\text{C}$ , dan $220^\circ\text{C}$ terhadap variasi C-rate 0.1C, 0.5C, 1C, 2C dan 5C .....	58
<b>Tabel 4.7</b> Nilai $R_s$ dan $R_{ct}$ untuk masing-masing variabel .....	60

*(halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b>	Skema proses kerja baterai.....	6
<b>Gambar 2.2</b>	Struktur silinder Baterai Lithium ion .....	7
<b>Gambar 2.3</b>	Skema representasi dari baterai ion lithium selama charging. Sisi kiri menunjukkan struktur berlapis dari $\text{Li}_{1-x}\text{CoO}_2$ dan sisi kanan lembar grafit. Selama proses charging, ion lithium bermigrasi dari elektroda positif ke elektroda negatif, dan sebaliknya selama discharging.....	9
<b>Gambar 2.4</b>	Kemungkinan komposisi lapisan SEI pada anoda grafit dalam baterai Li-ion .....	11
<b>Gambar 2.5</b>	Struktur Kristal LTO, yang terdiri dari tetrahedral 8a (kuning), octahedral 16c (hijau), octahedral 16d (biru) .....	12
<b>Gambar 2.6</b>	Kedudukan atom-atom dalam 2 sub sel unit kubik dari struktur spinel $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .....	13
<b>Gambar 2.7</b>	(A) Penampang melintang <i>autoclave</i> , (B) <i>autoclave</i> , (C) Teflon <i>autoclave</i> .....	18
<b>Gambar 2.8</b>	Struktur kristal octahedral dalam tetrahedral, (A) $\text{TiO}_2$ anatase, (B) $\text{TiO}_2$ rutile .....	21
<b>Gambar 3.1</b>	Diagram Alir Proses Sintesis $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .....	29
<b>Gambar 3.2</b>	Diagram Alir Pengujian Sintesis $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .....	30
<b>Gambar 3.3</b>	Bahan Prekursor (a) Serbuk Titanium Oksida ( $\text{TiO}_2$ ) dan (b) Serbuk Natrium Hidroksida ( $\text{NaOH}$ ).....	31
<b>Gambar 3.4</b>	(a) Proses pengadukan prekursor dan (b) Proses Hidrotermal di dalam <i>muffle furnace</i> .....	32
<b>Gambar 3.5</b>	Serbuk Li-Ti-O hasil sintesis hidrotermal setelah kalsinasi dengan waktu holding 18 jam dan variasi temperatur (a) $180^\circ\text{C}$ ; (b) $200^\circ\text{C}$ ; dan (c) $220^\circ\text{C}$ ..	33
<b>Gambar 3.6</b>	Bahan utama pembuatan <i>slurry</i> , (a) PVDF, (b) AB, (c)NMP, dan (d)lembaran anoda yang telah diaplikasikan pada <i>copper foil</i> .....	34
<b>Gambar 3.7</b>	Cara Kerja X-Ray Diffraction (XRD).....	36

<b>Gambar 3.8</b> (a) Skema proses kerja SEM dan (b) Alat SEM Inspect S50.....	38
<b>Gambar 3.9</b> (a) Mesin Pengujian CD dan CV WonATech WBCS 3000 dan (b) Contoh kurva CV dari $\text{TiO}_2$ <i>nanowire</i> , $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . $\text{TiO}_2$ composite, dan $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ <i>nanowire</i> .....	39
<b>Gambar 3.10</b> Contoh kurva charge-discharge pada 0,1 C dari $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ <i>nanowire</i> .....	40
<b>Gambar 3.11</b> (a) Alat Uji EIS HIOKI Hitester 3522-50 LCR, dan (b) Hasil kurva pengujian spektroskopi impedansi elektrokimia dari sistem baterai lithium ( <i>Nyquist plot</i> ) .....	42
<b>Gambar 4.1</b> Pola difraksi serbuk $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ dengan acuan JCPDS No.00-049-0207 .....	43
<b>Gambar 4.2</b> Pola difraksi serbuk $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ dengan acuan JCPDS No.00-59-0666 .....	45
<b>Gambar 4.3</b> Morfologi $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ dengan variasi temperatur hidrotermal (a)180°C, (b)200°C dan (c)220°C dengan perbesaran 25.000x .....	48
<b>Gambar 4.4</b> Grafik voltamogram hasil pengujian <i>cyclic voltammetry</i> (CV) dengan variasi temperatur (a) 180oC, (b) 200oC, dan (c) 220oC.....	51
<b>Gambar 4.5</b> Grafik <i>charge-discharge</i> sintesis $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ pengaruh temperatur hidrotermal (a)180°C (b)200°C dan (c) 220°C .....	55
<b>Gambar 4.6</b> Grafik <i>charge-discharge</i> variasi C-rates dari 0.1C hingga 30C dan kembali ke 0.1C pada sintesis $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .....	57
<b>Gambar 4.7</b> Grafik EIS <i>Nyquist plot</i> hasil sintesis $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .	59

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Kebutuhan energi dunia setiap tahun semakin meningkat. Sedangkan persediaan sumber energi yang utama dipakai saat ini yaitu bahan bakar fosil terus menipis. Krisis energi terjadi akibat kesenjangan kebutuhan dan persediaan sumber energi tersebut (Dushyant, 2011). Peningkatan permintaan akan bahan bakar fosil ini juga diakibatkan karena terus bertambahnya jumlah populasi manusia. Dimana tingkat ketergantungan manusia terhadap bahan bakar fosil sangat tinggi. Tetapi hal tersebut berbanding terbalik dengan lamanya pembaharuan kembali bahan bakar fosil (Aro Wibowo, 2012).

Dengan kenyataan yang ada, media penyimpanan energi menjadi hal terpenting saat ini. Berbagai upaya dilakukan, seperti menggunakan energi listrik, etanol, *fuel cell*, *hybrid*, sel surya, maupun baterai lithium (Tarascon, 2008).

Baterai Lithium-ion merupakan salah satu media yang ringkas dan efektif untuk menyimpan energi. Penelitian mengenai baterai terus berlanjut sampai dengan saat ini, yang bertujuan untuk meningkatkan efisiensi dan kekuatan baterai tersebut. Salah satu contoh pemanfaatan baterai lithium adalah pada kendaraan listrik (*electric vehicle*) yang dapat mengurangi emisi karbon dioksida (B. Scrosati dkk, 2010). Perkembangan teknologi baterai berkembang sangat pesat sebagai salah satu energi alternatif, karena teknologi yang aman, mudah, dan ramah lingkungan.

Berbagai penelitian mengenai material baterai ion lithium seperti elektrolit, katoda (elektroda positif), anoda (elektroda negatif), binder, serta teknik produksi baterai terus dilakukan secara intensif. Termasuk salah satu komponen yang ada di dalam baterai lithium yaitu elektroda negatif, atau biasa disebut dengan anoda.

Anoda baterai lithium ion konvensional yang berbahan karbon (graphite, hard carbon, soft carbon) dianggap tidak lagi



sesuai karena keamanan yang tidak begitu baik. Lithium titanate ( $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ ) dianggap sebagai kandidat yang cocok untuk pengganti karbon, karena memiliki keamanan yang lebih tinggi, tingkat toksisitas yang rendah, *cycling rate* yang lebih besar dan biaya produksi yang lebih murah.  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  memiliki potensi sebagai pengganti bahan anoda untuk padatan, larutan, dan gel Li-ion baterai. Hal ini dikarenakan  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  memiliki tegangan operasi yang stabil, sebesar 1,55 V (vs. Li) yang tidak menyebabkan adanya dendrit ion lithium pada anoda selama proses interkalasi (Guo-Rong dkk, 2011). Selain itu,  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  juga memiliki kapasitas yang tinggi (175 mAh/g), kapasitas spesifik hampir 150-160 mAh/g, laju *charging-discharging* tinggi dan  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  juga termasuk kedalam *zero strain material*, karena memiliki kemampuan struktur spinel yang kuat. Hal ini mengakibatkan struktur atau volume kisi dari material  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  sulit untuk berubah pada saat proses insersi atau ekstraksi lithium selama siklus baterai (R. Wen, 2012).

Akan tetapi, LTO memiliki kelemahan, yaitu rendahnya nilai konduktivitas elektron dan konduktivitas ionik, yang menyebabkan rendahnya *rate capability* dari LTO. Untuk itu, telah dilakukan berbagai usaha untuk mengatasi hal tersebut. Salah satu diantaranya adalah pelapisan karbon seperti pada penelitian yang dilakukan oleh Jingyuan dkk pada tahun 2015, yang menyatakan bahwa dengan dilakukannya pelapisan karbon pada nanowire  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ , ternyata dapat meningkatkan kristalinitas pada temperatur tinggi, sehingga dapat meningkatkan *rate capability*. Pada umumnya proses pelapisan karbon dilakukan dengan mencampur sumber karbon dengan  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ , kemudian disinter pada temperatur tinggi dalam sebuah furnace dengan menggunakan gas inert maupun gas reduktor. Pelapisan karbon dapat meningkatkan konduktivitas elektronik dan mencegah evolusi gas dengan melindungi permukaan elektroda dari sentuhan secara langsung dengan elektrolit (Zhang, 2013).





Dalam pembuatan nanosized/nanostruktur  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dapat digunakan temperatur yang tinggi untuk mendapatkan hasil terbaik. Bagaimanapun, tantangan terbesar muncul karena ukuran partikel yang tumbuh tak bisa diabaikan dengan naiknya temperatur kalsinasi. Pada penelitian sebelumnya memberikan hasil yang menjanjikan untuk membuat nanosized/nanostructured  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  melalui temperatur tinggi. Dalam hasil penelitiannya, lapisan karbon  $\text{TiO}_2$  sebagai prekursor, dan dicampur dengan garam lithium untuk membuat lapisan karbon  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  melalui *solid state reaction* dibawah temperatur  $800^\circ\text{C}$  (Cheng dkk, 2010).

Penelitian lainnya yang dilakukan oleh Jingyuan Liu dkk pada tahun 2015 berhasil melakukan sintesis yang menghasilkan serbuk  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *nanowire* dengan cara *carbon coating* dan metode hidrotermal yang diikuti dengan pertukaran ion. Proses hidrotermal menggunakan prekursor berupa serbuk  $\text{TiO}_2$  anatase dan dicampur larutan  $\text{NaOH}$  selama 72 jam dan diikuti pertukaran ion dengan  $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Dari proses ini menunjukkan adanya kristal yang lebih stabil dan kestabilan siklus lebih baik dibandingkan dengan  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  tanpa *carbon coating*.

Pada penelitian kali ini akan dilakukan analisis mengenai pengaruh variasi temperatur hidrotermal antara  $\text{TiO}_2$  dan larutan  $\text{NaOH}$ . Penelitian sebelumnya oleh Gede dkk pada tahun 2016, menyatakan bahwa variasi temperatur hidrotermal pada proses sintesis  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  dapat mempengaruhi hasil kristalinitas  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ , yang dapat mempengaruhi tingkat adsorpsi ion  $\text{Li}^+$ . Pengujian yang dilakukan pada penelitian ini adalah pengujian XRD dan SEM untuk melihat hasil proses sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Pengujian *cyclic voltammetry* (CV), *charge/discharge* (CD) dan *electrochemical impedance spectroscopy* (EIS) untuk mengetahui performa elektrokimia.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah :



1. Bagaimana pengaruh variasi temperatur hidrotermal terhadap struktur kristal dan morfologi dari  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *nanowire* yang terbentuk?
2. Bagaimana pengaruh variasi temperatur hidrotermal pada proses sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *nanowire* terhadap performa elektrokimia baterai ion lithium?

### **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Selama proses hidrotermal, waktu holding dianggap konstan
2. Prekursor yang digunakan dianggap murni, tanpa pengotor

### **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari diadakannya penelitian ini adalah :

1. Menganalisis pengaruh variasi temperatur hidrotermal terhadap struktur kristal dan morfologi dari  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *nanowire* yang terbentuk
2. Menganalisis pengaruh variasi temperatur hidrotermal pada proses sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *nanowire* terhadap performa elektrokimia baterai ion lithium

### **1.5 Manfaat penelitian**

Dengan adanya penelitian ini diharapkan dapat diperoleh anoda baterai yang mampu memberikan kinerja yang baik terhadap performa elektrokimia baterai ion lithium dalam skala laboratorium. Selain itu, penelitian ini dapat dikembangkan untuk diaplikasikan pada aplikasi yang lebih luas kedepannya sehingga dapat menjadi solusi dalam mengatasi krisis energi.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Baterai**

Baterai merupakan sebuah alat yang berfungsi untuk menyimpan energi, lalu mengubah energi kimia yang terkandung tersebut secara langsung diubah menjadi energi listrik melalui proses elektrokimia untuk digunakan pada berbagai aplikasi. Terdapat berbagai jenis baterai, namun secara umum dibagi kedalam tiga kelas, yaitu baterai primer yang hanya dapat dipakai sekali saja; baterai sekunder, baterai yang dapat diisi ulang dan dikembalikan pada kondisi *current flow* selnya; dan baterai khusus, yang didesain untuk memenuhi kebutuhan khusus (Winter 2004).

Pada sebuah baterai isi ulang, proses pengisian dapat dilakukan secara bolak balik (*reversible*). Reaksi seperti ini melibatkan transfer elektron dari suatu material ke material lain melalui sirkuit listrik. Baterai tersusun atas beberapa sel elektrokimia yang tersusun baik secara seri maupun parallel, tergantung dari tegangan dan kapasitas yang ingin dihasilkan. Komponen terpenting dari sel baterai sebagai berikut : (David 2005)

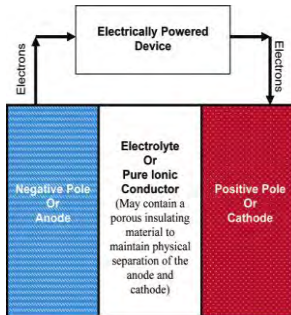
1. Elektroda negatif/ anoda, yaitu elektroda yang melepaskan elektron ke rangkaian luar serta mengalami proses oksidasi pada proses elektrokimia.
2. Elektroda positif/ kathoda, yaitu elektroda yang menerima elektron dari rangkaian luar serta mengalami proses reduksi pada proses elektrokimia.
3. Penghantar ion/ elektrolit, yaitu media transfer ion yang bergerak dari anoda ke kathoda dalam sel baterai saat penggunaan. Fisik elektrolit umumnya berupa cairan/ larutan dimana molekul garam larut didalamnya

Skema kerja baterai secara terperinci dapat dilihat pada Gambar 2.1. Gambar 2.1 mengilustrasikan level energi pada kutub anoda (negatif), kutub katoda (positif) dan elektrolit yang ditunjukkan dengan elektronvolt. Elektroda negatif merupakan



agen pereduksi yang baik (donor elektron) seperti lithium, zinc, atau timbal. Elektroda positif merupakan elektron penerima seperti lithium kobalt oksida.

Pada prakteknya, pori-pori elektrik mengisolasi bahan



**Gambar 2. 1** Skema proses kerja baterai (Winter 2004)

yang mengandung elektrolit, dimana sering kali hal ini diletakkan diantara anoda dan katoda untuk mencegah anoda secara langsung berkontak dengan katoda. Apabila katoda dan anoda melakukan kontak, energi yang terkandung akan melepaskan panas yang ada didalam baterai. Konduksi elektrik pada larutan elektrolit sesuai dengan persamaan yang ditunjukkan oleh Hukum Ohm :

$$E = I R \quad (2.1)$$

dimana I adalah besar arus yang mengalir (Ampere) dan R adalah hambatan (Ohm)

Elektrolit baterai biasanya merupakan konduktor ionik murni yang secara fisik terpisah antara anoda dari katodanya. Elektroda membutuhkan separator mekanis, jika tidak ada separator, maka baterai akan mengalami arus pendek dan dapat hancur. Elektrolit cair biasanya adalah garam kuat dari asam dan basa yang secara sempurna memisah di larutan menjadi ion positif dan negatif. Elektrolit cair lebih disukai karena konduktivitas ionik yang tinggi, tetapi elektrolit cair kurang stabil untuk mencegah kontak antara elektroda. Sehingga separator menjadi solusi untuk hal ini, polimer atau serat gelas berpori sering direndam dengan cairan elektrolit untuk menggabungkan pemisahan fisik dan



konduktivitas ionik. Elektroda bahan aktif itu sendiri merupakan konduktor elektronik yang buruk, sehingga elektroda menjadi bahan komposit dengan aditif yang meningkatkan konduktivitas. Kolektor berfungsi untuk memberikan kontak antara elektroda dan sirkuit eksternal. Secara termodinamik, larutan elektrolit menunjukkan satabilitas elektrokimia sebesar 1,23 V. Energi kinetik dapat membesar hingga mencapai stabilitas batas  $\sim 2$  V (Winter 2004).

## **2.2 Baterai Ion Lithium**

Baterai lithium ion pertama kali diperkenalkan oleh Sony Corporation pada tahun 1991. Sejak baterai ini diperkenalkan, baterai ini terus mengalami pengembangan yang sangat pesat. Pengembangan tersebut meliputi peningkatan kapasitas untuk merespon permintaan yang menginginkan peningkatan performa pada peralatan elektronik portabel, seperti telepon seluler dan komputer *notebook* (Winter 2004). Struktur silinder dari baterai Lithium ion seperti ditunjukkan oleh Gambar 2.2.



**Gambar 2. 2** Struktur silinder Baterai Lithium ion  
(Marcy dkk 2010)



Baterai ion lithium terus berkembang secara pesat sebagai *secondary batteries* yang paling banyak diaplikasikan dalam mobil listrik HEV (*hybrid electric vehicle*). Terdapat dua jenis klasifikasi dari baterai ion lithium, yaitu baterai primer (habis dalam satu kali pakai) dan baterai sekunder (dapat diisi ulang). Baterai ion lithium menawarkan potensi terbesar untuk pengembangan EV/HEVs dibandingkan sistem baterai yang lain. Hal ini disebabkan karena lithium memiliki berat atom terendah (6,94 g/mol) dari semua logam (Wenquan Lu dkk. 2011). Selain itu, baterai lithium ion juga memiliki *high energy output* dan massa baterai per unit yang tinggi. Hal ini memungkinkan baterai tersebut untuk lebih efisien dan lebih cepat bila dibandingkan dengan baterai *rechargeable* lainnya (Marcy dkk 2010).

Manfaat lain dari baterai lithium ion bila dibandingkan dengan baterai *lead* dan baterai hidrat logam nikel termasuk dalam efisiensi, *no memory effects*, dan *long life cycle* yang lebih lama seperti ditunjukkan pada Tabel 2.1.

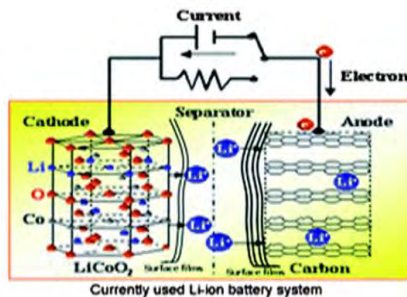
**Tabel 2.1** Perbandingan beberapa jenis baterai (Marcy dkk 2010)

<b>Jenis Baterai</b>	<b><i>Lead acid</i></b>	<b>Ni-Cd</b>	<b>Lithium-ion</b>
Densitas energi (Wh/Kg)	35	40-60	120
Densitas tenaga (W/Kg)	180	150	1.800
<i>Life Cycle</i>	4.500	2.000	3.500
Karakteristik	<i>High reliability, low cost</i>	<i>Memory effect</i>	<i>Small size, light weight</i>
Aplikasi	Baterai mobil, forklift, golf cart, backup power	<i>Replacement for flashlight battery</i>	<i>Consumer electronic</i>



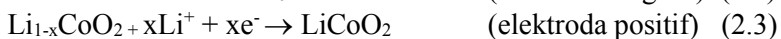
Baterai ion lithium merupakan baterai yang di rekayasa berupa perangkat penyimpanan energi elektrokimia yang terdiri dari berbagai bahan dan komponen. Komponen dasar penyusun baterai ion lithium adalah elektroda positif dan elektroda negatif yang dipisahkan dengan elektrolit organik dan separator.

Prinsip kerja baterai ion lithium yaitu energi disimpan dan dihasilkan dari reaksi kimia menjadi energi listrik, melalui reaksi redoks. Energi disimpan atau diambil dari baterai ion lithium berdasarkan reaksi redoks yang terjadi pada permukaan elektroda positif dan negatif. Sedangkan energi dikirim dari perangkat listrik atau sumber listrik. Proses pengisian untuk baterai Li-ion dengan  $\text{Li}_{1-x}\text{CoO}_2$  sebagai bahan elektroda positif dan grafit sebagai bahan elektroda negatif diilustrasikan dalam Gambar 2.3.



**Gambar 2.3** Skema representasi dari baterai ion lithium selama charging. Sisi kiri menunjukkan struktur berlapis dari  $\text{Li}_{1-x}\text{CoO}_2$  dan sisi kanan lembar grafit. Selama proses charging, ion lithium bermigrasi dari elektroda positif ke elektroda negatif, dan sebaliknya selama discharging (E. Vinodkumar dkk. 2011)

Proses pengisian baterai ion lithium direpresentasikan dalam Gambar 2.2 dapat dijelaskan oleh persamaan redoks:





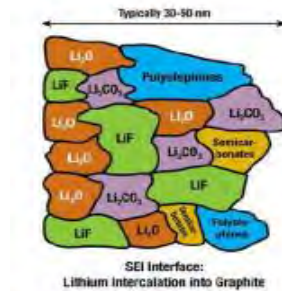
Untuk oksidasi  $\text{Li}_{1-x}\text{CoO}_2$  dalam setengah-sel reaksi,  $x$  adalah terbatas pada 0,5 karena alasan keamanan sesuai dengan 4,2 V vs  $\text{Li}/\text{Li}^+$  (M. Tarascon 2001). Selain itu, kobalt relatif beracun, dan selama daya tinggi *charging/discharging* dapat mulai bereaksi *exothermically* sehingga akan melelehkan separator dan terjadi hubungan pendek, dilain sisi kobalt juga mahal, sehingga menjadi tantangan utama yang dihadapi baterai ion lithium berkekuatan tinggi saat ini untuk penggunaan skala besar pada EV/HEVs.

Kemampuan kapasitas energi yang tersimpan dalam baterai ion lithium tergantung pada berapa banyak ion lithium yang dapat disimpan dalam struktur bahan elektrodanya dan berapa banyak yang dapat digerakkan dalam proses *charging* dan *discharging*, karena jumlah arus elektron yang tersimpan dan tersalurkan sebanding dengan jumlah ion lithium yang bergerak (David 2005).

Pada proses *charging*, material katoda akan terionisasi, menghasilkan ion lithium bermuatan positif dan bermigrasi ke dalam elektrolit menuju komponen anoda, sementara elektron yang diberikan akan dilepaskan bergerak melalui mekanisme interkalasi. Saat *discharging*, terjadi aliran ion dan elektron dengan arah kebalikan dari proses *charging*.

Baterai ion lithium pada umumnya menggunakan grafit sebagai elektroda negatif dan oksida logam transisi sebagai elektroda positif. Elektroda grafit bekerja pada ~2,5 V vs elektroda hidrogen, sedangkan katoda bekerja pada sekitar 1,0 V, sehingga memiliki beda potensial total sebesar 3,5 V. Beda potensial ini memang cukup besar untuk membuat elektrolit tetap stabil secara kimiawi dari kedua reaksi, reduksi dan oksidasi. Namun, pada beberapa kasus, penggunaan grafit sebagai anoda dapat memicu terbentuknya zat baru pada anoda, yang mana lapisan ini akan menghambat laju interkalasi ion lithium, yang menyebabkan berkurangnya rate capability dari baterai tersebut. Lapisan ini disebut *solid electrolyte interface* (SEI) seperti ditunjukkan oleh Gambar 2.4.





**Gambar 2.4** Kemungkinan komposisi lapisan SEI pada anoda grafit dalam baterai Li-ion (Nordh 2013)

### 2.3 Karakteristik Anoda $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$

Lithium Titanate ( $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ ) atau LTO merupakan salah satu material pengganti grafit dalam baterai ion lithium sekunder.  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  adalah senyawa interkalasi lithium (atau *insertion host*) dengan tegangan *insertion/extraction* lithium yang tinggi, yakni kira-kira 1,55 V. (R.V Sibiriyakov dkk. 2013).

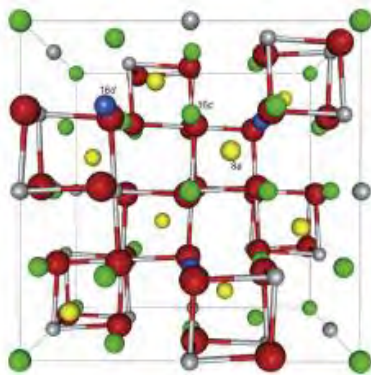
LTO merupakan salah satu dari pengembangan material baru yang memiliki beda tegangan yang cukup tinggi terhadap  $\text{Li}/\text{Li}^+$ . Hal ini sebagai pengganti grafit yang memiliki keunggulan kapasitas tinggi juga memiliki keterbatasan nyata, yaitu ketidakmampuan dalam kondisi *high rates discharge* dikarenakan *host* yang dimiliki grafit adalah interkalasi satu dimensi. Kondisi *high rate* akan menimbulkan efek litasi yang akan menumbuhkan dendritik pada lapisan anoda sehingga rentan terhadap terjadinya hubungan pendek dalam baterai yang berakibat eksplosif dari segi faktor keamanan (Achmad Subhan 2011).  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  yang bekerja pada 1,55 V vs  $\text{Li}^+/\text{Li}$  dapat menghindari terjadinya pembentukan lapisan *solid electrolyte interface* (SEI) yang biasa terjadi pada tegangan kerja anoda grafit.



Selain itu  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  memiliki sifat, *zero strain material*, yang mana hanya mengalami perubahan ukuran yang sangat kecil setelah proses *charge/discharge*.

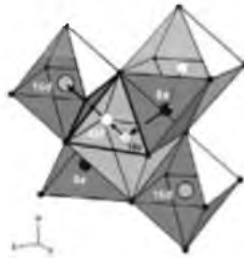
### 2.3.1 Karakteristik Struktur Kristal $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$

$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  merupakan keramik lithium-titanium oksida yang merupakan keramik lithium titanate, lebih dikenal dengan lithium titanate. Memiliki struktur spinel *face-centered cubic* dengan ukuran lattice parameternya antara 8,352 Å sampai 8,370 Å dan jarak antar grup sesuai dengan rumus  $Fd3m$  seperti ditunjukkan oleh Gambar 2.5.



**Gambar 2.5** Struktur Kristal LTO, yang terdiri dari tetrahedral 8a (kuning), octahedral 16c (hijau), octahedral 16d (biru) (M. Vijayakumar dkk. 2011)

Pada Gambar 2.6 memperlihatkan struktur spinel dari  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Spinel  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  (juga dikenal sebagai  $\text{Li}_{1.33}\text{Ti}_{1.67}\text{O}_4$ ,  $\text{Li}_{4/3}\text{Ti}_{5/3}\text{O}_4$  atau  $[\text{Li}]_{8a}[\text{Li}_{1/3}\text{Ti}_{5/3}]_{16d}[\text{O}_4]_{32e}$ ) merupakan senyawa anggota yang sangat penting pada keluarga larutan padatan,  $\text{Li}_{3+x}\text{Ti}_{6-x}\text{O}_{12}$  ( $0 \leq x \leq 1$ ) (A. Deschanvers dkk. 1971). Material dengan struktur spinel secara umum memiliki rumus kimia  $\text{AB}_2\text{O}_4$ , salah satunya adalah ion oksigen (32e) berbentuk *cubic-closed-packed* (ccp) dengan susunan tetrahedral (8a, 8b, 48c) dan octahedral (16c, 16d).



**Gambar 2.6** Kedudukan atom-atom dalam 2 sub sel unit kubik dari struktur spinel  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  (C.Q Feng dkk. 2009)

Struktur spinel  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  ini memiliki dua kisi yang berfungsi sebagai tempat tinggal ion-ion penyusunnya, yaitu kisi tetrahedral (A) dan kisi octahedral (B). Kisi-kisi tersebut dibedakan oleh bilangan koordinasi oksigennya, dimana kisi A mempunyai tetangga 4 anion oksigen lainnya, sedangkan kisi B mempunyai 6 anion tetangga oksigen. Pola susunan ion-ion LTO spinel adalah kubus pusat muka (FCC). Satu unit sel mengandung 32 anion oksigen dan kation-kation logamnya tersebar dalam dua kisi yang berbeda, yaitu 64 kisi tetrahedral dan 32 kisi octahedral. Tetapi perlu diketahui bahwa dari 96 kisi ini hanya 24 kisi saja yang diisi oleh ion-ion logam, yaitu 8 kisi tetrahedral dan 16 kisi octahedral (Achmad Subhan 2011).

Spinel  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  sebagai bahan elektrokimia memiliki banyak kelebihan, diantaranya memiliki reversibilitas elektrokimia sangat baik dan koefisien difusi kimia yang lebih tinggi daripada karbon. Oleh karena itu, bahan ini dipilih sebagai bahan anoda dan digunakan dalam perangkat penyimpanan energi.

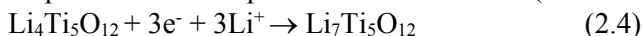
Dengan besar kapasitas teoritik muatan per gram keramik  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  sebesar 172,5 mAh/g, keramik ini dikenal dengan sebutan material *zero-strain insertion*, karena jika diukur dengan menggunakan *synchrotron XRD*, yaitu mengukur perubahan kisi kristal yang sangat kecil, 0,002 Å pada saat awal *discharge* berikutnya (Kingo Ariyoshi dkk. 2005). Karakteristik dari “zero-



*strain*” pertama kali diteliti oleh Ohzuku *et al* pada tahun 1995. Hampir tidak ada perubahan dari dimensi *lattice* nya selama lithium ion dan elektronnya melakukan *insertion/extraction* dari matriks padat ketika komposisinya berubah pada *initial state*  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dan *final state*  $\text{Li}_7\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Inseri lithium kedalam  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  menyebabkan reduksi dari  $\text{Ti}^{4+}$  menjadi  $\text{Ti}^{3+}$ . Selain itu, sifat utama dari material ini adalah kemampuan strukturnya untuk tidak mengalami perubahan.

### 2.3.2 Sifat Termodinamika $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$

Inseri lithium kedalam spinel  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dipercaya memiliki mekanisme dua-fasa (Ohzuku dkk. 1995). Selama proses *discharge*, adanya ion lithium yang masuk kedalam sisi oktahedral 16c dan ion lithium pada sisi 8a akan secara simultan mentransfer ke sisi 16c. Jumlah total ion lithium yang dapat dimasukkan ke sisi 16c dari sumber eksternal sama dengan setengah dari jumlah sisi kosong 16c, dikarenakan sisi setengah yang lain dari ion lithium telah menempati tetrahedral 8a sebelumnya. Proses inseri ini dapat diekspresikan melalui persamaan di bawah ini (Zhao 2015).



Kapasitas seperti yang ditunjukkan oleh persamaan diatas adalah sebesar 175 mAh/g, yang mana hal ini diterima sebagai kapasitas teoritik. Get *et al* pada tahun 2008 merekomendasikan kapasitas teoritik  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  adalah 293 mAh/g (2,5-0,01 V), terbatas pada jumlah tetravalent dari ion titanium, bukan pada jumlah sisi oktahedral atau tetrahedral. Komposisi akhir dari interkalasi lithium direkomendasikan menjadi  $\text{Li}_9\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Zhong *et al* (2008) mendemonstrasikan bahwa  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dapat diinterkalasi hingga *final state*  $\text{Li}_{8.5}\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Oleh karena itu, kapasitas teoritik  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dapat dicapai hingga kira-kira 263 mAh/g.

### 2.3.3 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ nanowire

Dengan menurunkan ukuran partikel menjadi skala nano, beberapa sifat mekanik, elektrik, dan sifat optik yang unik akan



muncul (Takaki 2001). Salah satu metode yang efektif adalah membuat struktur nano satu dimensi (1D) seperti nanotubes, nanowire, nanorods, dan nanofibers. Struktur nano ini memiliki sifat, yaitu *high surface area*, dan *short diffusion distance* dari isi ulangnya.

Penelitian Kim *et al* pada tahun 2007 didapatkan struktur  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *nanowire* dengan diameter  $\sim 180\text{nm}$ , panjang beberapa mikrometer, dan luas area spesifik sebesar  $\sim 38\text{m}^2/\text{g}$  melalui metode *firing* campuran  $\text{TiO}_2 \cdot 1.25\text{H}_2\text{O}$  nanowires dan LiAc pada  $800^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Kapasitas  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  nanowire didapatkan sebesar 165, 157, dan 155 mAh/g dengan laju 0.1, 5 dan 10 C. Lee *et al* (2010) memodifikasi sintesis nanopartikel  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *nanowire* melalui reaksi solvothermal menggunakan  $\text{Li}(\text{OH}) \cdot \text{H}_2\text{O}$  dan protonated trititanate ( $\text{H}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ ). Dari sintesis ini, dihasilkan diameter nanowire 130 nm, dengan panjang rata-rata 1-3  $\mu\text{m}$  dan laju kapasitas tinggi dengan nilai 151, 139, 128, dan 114 mAh/g pada 1, 5, 10, dan 20 C. Kapasitas 125 mAh/g didapat setelah siklus *charge/discharge* 500 pada 1C.

### **2.3.4 Kelebihan dan Kekurangan $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$**

Beberapa kelebihan penggunaan  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  sebagai anoda pada baterai berbasis ion lithium adalah sifatnya yang tidak mudah mengalami penyusutan pada saat proses pemakaian dan pengisian (Sandhya 2014). Pada  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  tidak diperlukan ekspansi yang terlalu besar apabila ion  $\text{Li}^+$  akan melakukan proses interkalasi dan deinterkalasi, hal ini disebabkan karena ukuran ion yang ada pada LTO dan  $\text{Li}^+$  adalah sama. Selain karena *sifat zero strain material* nya, potensial elektrokimia yang berada pada 1,5V vs  $\text{Li}^+/\text{Li}$  dapat menghindari terjadinya proses reduksi elektrolit, yang dapat memicu terbentuknya lapisan SEI pada anoda, seperti yang terjadi pada anoda grafit. Apabila morfologi dari  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  menjadi ukuran nanopartikel, *rate charge/discharge* dari baterai ion lithium akan meningkat, dikarenakan lintasan yang dilalui oleh ion  $\text{Li}^+$  selama proses interkalasi dan deinterkalasi menjadi lebih kecil (Chao 2014).



$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  juga memiliki beberapa kekurangan sebagai anoda untuk baterai lithium ion. Beberapa diantaranya adalah konduktivitas ionik dan konduktivitas listrik (elektron) yang relatif rendah. Hal ini dapat menyebabkan *rate capability* yang rendah. Namun, hal ini dapat dihindari dengan berbagai cara, diantaranya adalah dengan doping kation maupun pelapisan dengan karbon.

## **2.4 Proses Sintesis $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$**

### **2.4.1 Metode Hidrotermal**

Metode hidrotermal merupakan salah satu metode yang paling penting untuk kemajuan dalam mengolah material, terutama karena keuntungannya dalam proses pengolahan material nanostruktur untuk berbagai aplikasi teknologi seperti elektronik, optoelektronik, katalisis, keramik, penyimpanan data magnetik, biomedis, biophotonik, dan lain-lain. Istilah ‘Hidrotermal’ sendiri merupakan istilah geologi yang pertama kali digunakan oleh ahli Geologi Inggris, Sir Roderick Murchison (1792-1871) untuk mendeskripsikan aksi air pada suhu dan tekanan yang tinggi, dalam perubahan kerak bumi menuju pembentukan berbagai batuan dan mineral (Byrappa 2001).

Kata hidrotermal berasal dari bahasa Yunani yaitu ‘hydros’ yang berarti air dan ‘termos’ yang berarti panas. Tetapi Byrappa dan Yoshimura (2001) mendefinisikan hidrotermal sebagai reaksi kimia heterogen dengan adanya pelarut (baik itu aqueous maupun non-aqueous) pada suhu ruang dan pada tekanan yang lebih besar dari 1 atm dalam sistem tertutup. Teknik ini tidak hanya membantu pada proses monodispersi dan homogenitas nanopartikel yang tinggi, tetapi juga bertindak sebagai tehnik yang paling menarik untuk pengolahan material nano-hybrid dan nanokomposit (Byrappa 2001).

Transformasi hidrotermal selalu mempertimbangkan modifikasi dari presipitat, pembentukan gel, atau flokulasi yang dipengaruhi oleh temperatur, pemeraman atau kematangan dari *mother liquor* (biasanya air). Transformasi ini selalu berada pada temperatur yang lebih rendah (100-300°C). Beberapa faktor yang



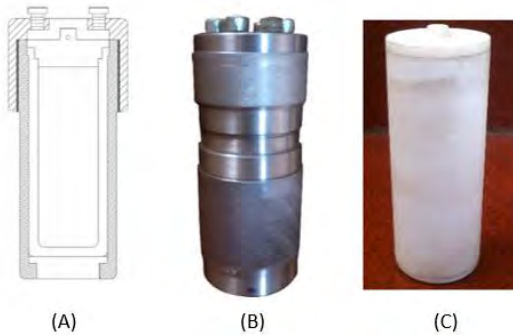
mempengaruhi pada proses hidrotermal pada padatan ini antara lain adalah pH, temperatur, tekanan, waktu dan konsentrasi dimana transformasi pada proses hidrotermal berbeda dengan metode-metode lain. Perbedaannya yaitu selama proses hidrotermal seperti presipitasi, pencucian, pengeringan, dan tekanan (Perego 1997).

Metode hidrotermal dapat pula didefinisikan sebagai metode sintesis kristal yang sangat ditentukan oleh kelarutan suatu mineral dalam air dengan temperatur maksimal (temperatur pada alat 400°C) dan bertekanan tinggi (tekanan maksimal 400 bar).

Keunggulan proses hidrotermal yaitu proses sintesis, pengontrolan bentuk dan ukuran serbuk yang mudah, temperatur operasi yang rendah, homogenisasi tinggi dan biaya operasional yang rendah (Ha dkk 2009).

Saat ini, teknik hidrotermal telah memiliki banyak cabang di beberapa ilmu pengetahuan dan teknologi, dan hal ini menyebabkan munculnya beberapa teknik yang bersumber pada teknik hidrotermal antara lain sintesis hidrotermal, metamorfosis hidrotermal, dehidrasi hidrotermal, dekomposisi hidrotermal, hidrotermal ekstraksi, sintering hidrotermal, hidrotermal kesetimbangan fasa, dan lain-lain (Perego 1997).

Proses pelarutan dan pertumbuhan kristal dilakukan dalam wadah yang dinamakan *autoclave*. *Autoclave* merupakan wadah yang terbuat dari baja yang tahan temperatur dan tekanan tinggi. Dalam proses hidrotermal ini, digunakan *autoclave* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.7.



**Gambar 2.7** (A) Penampang melintang *autoclave*, (B) *autoclave*, (C) Teflon *autoclave* (Gede 2016)

#### **2.4.2 Proses Kalsinasi**

Kalsinasi adalah proses pemanasan tanpa fusi, untuk mengubah konstitusi fisik atau kimia zat. Terdapat 3 tujuan utama dari proses kalsinasi. Tujuan pertama adalah untuk menghilangkan air yang diserap sebagai air kristal atau air konstitusi. Tujuan kedua adalah untuk menghilangkan  $\text{CO}_2$ ,  $\text{SO}_2$  dan zat volatile lainnya. Tujuan ketiga adalah oksidasi zat sepenuhnya atau sebagian. Kalsinasi juga dilakukan dalam proses pembakaran dan pemanggangan. Secara kimiawi, kalsinasi dapat juga didefinisikan sebagai proses dekomposisi termal diterapkan pada zat dan bijih untuk membawa transisi fase, menghilangkan fraksi yang mudah menguap dan dekomposisi termal (Ismunandar 2006).

Proses kalsinasi dilakukan pada temperatur  $600^\circ\text{C}$  selama 3 jam dengan proses kenaikan temperatur secara bertahap. Pada penelitian yang dilakukan oleh Jin-Yun Liao pada tahun 2014, berdasarkan hasil analisa SEM, setelah proses kalsinasi pada temperatur  $600^\circ\text{C}$  selama 3 jam, *bulk material* tidak menunjukkan adanya perubahan pada morfologi eksternalnya, meskipun mengalami perlakuan waktu LiOH yang berbeda (0 jam, 2 jam, dan 10 jam).





## **2.5 Bahan Dasar Pembentuk $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$**

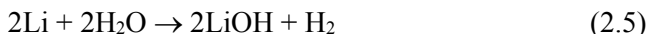
### **2.5.1 $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$**

Lithium hidroksida ( $\text{LiOH}$ ) merupakan senyawa anorganik dengan rumus  $\text{LiOH}$ . Bahan ini berwarna putih dengan bentuk kristal.  $\text{LiOH}$  memiliki sifat larut dalam air dan sedikit larut dalam etanol, serta merupakan basis paling lemah diantara logam alkali hidroksida. Hal ini terlihat dalam bentuk anhidrat dan monohidrat ( $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), yang mana keduanya merupakan basa kuat. (Raras 2015).

Lithium hidroksida merupakan hasil dari reaksi metatesis antara lithium karbonat dengan kalsium hidroksida (Wietelman 2000).



Pada mulanya hidrat diproduksi dengan proses dehidrasi oleh pemansan dibawah vakum hingga  $180^\circ\text{C}$ . Pada skala laboratorium, lithium hidroksida timbul oleh aksi air di lithium atau oksida lithium. Persamaan untuk proses ini adalah sebagai berikut :



Tetapi, pada umumnya reaksi tersebut haruslah dihindari. Meskipun lithium karbonat lebih banyak digunakan. Hal ini dikarenakan hidroksida merupakan prekursor yang efektif untuk garam lithium. Hal tersebut dapat ditunjukkan melalui reaksi persamaan sabagi berikut :



**Tabel 2.2 Spesifikasi  $\text{LiOH}$  (Raras 2015)**

<b>Spesifikasi</b>	<b>Keterangan</b>
Wujud	Kristal putih
Sifat fisik	Berat molekul : 41.96 Kerapatan : $1.51 \text{ g/cm}^3$ Pembentukan panas Standar : - 188.9 kcal/mol

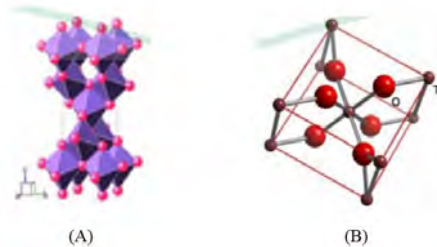


**Laporan Tugas Akhir**  
**Jurusan Teknik Material dan Metalurgi**

	Panas spesifik @25°C : 0.453 cal/g <sup>0</sup> C
Data keselamatan	Korosif, berbau, kristal putih, korosif terhadap mata, menghirup terus menerus mengakibatkan kerusakan paru paru
Keterangan	Fasa padat dalam kesetimbangan dengan larutan jenuh adalah monohidrat, LiOH.H <sub>2</sub> O
Aplikasi	Ukuran partikel lebih kecil dari lithium hidroksida yang ditawarkan oleh FMC, menyediakan reaktivitas yang lebih besar yang dapat bermanfaat dalam beberapa aplikasi kimia

### 2.5.2 TiO<sub>2</sub> (Titanium Oksida)

TiO<sub>2</sub> yang juga dikenal dengan nama titania, merupakan bahan pembentuk komposit keramik Li<sub>4</sub>Ti<sub>5</sub>O<sub>12</sub>. Titania (TiO<sub>2</sub>) bersifat polimorfik dengan struktur kristal, yaitu 2 fasa yang stabil pada suhu rendah antara lain anatase dan brookit, sedangkan 1 fasa yang lain yaitu rutil stabil pada suhu tinggi. TiO<sub>2</sub> memiliki struktur dasar *hexagonal closed packed* (HCP) dari oksigen, sedangkan kationnya mengisi separuh sisipan octahedral. Tetapi, pada kenyataannya strukturnya adalah berbentuk tetragonal. Jadi, anatase, brookit dan rutil masing-masing memiliki bentuk struktur yang sama, yaitu tetragonal dengan parameter kisinya. Bentuk struktur kristal TiO<sub>2</sub> ditunjukkan pada Gambar 2.11 berikut :



**Gambar 2.8** Struktur kristal octahedral dalam tetrahedral, (A)  $\text{TiO}_2$  anatase, (B)  $\text{TiO}_2$  rutil (Bambang P 2007)

Karakteristik  $\text{TiO}_2$  diantaranya serbuk berwarna putih, memiliki titik lebur  $1843^\circ\text{C}$ , densitas  $4230 \text{ kg/m}^3$ , tidak mudah terbakar dan tidak mengandung racun (Hao 2005). Berdasarkan bentuk struktur kristal,  $\text{TiO}_2$  dapat menyebabkan difusi anisotropik dari kation  $\text{Ti}^{4+}$  ke arah sumbu c lebih besar dari pada ke arah sumbu a. Memiliki konduktifitas listrik yang rendah dan konstanta dielektrik yang tinggi. Pembuatan LTO dilakukan secara proses metalurgi serbuk dengan mencampur LiOH dengan Titanium oksida melalui proses hidrotermal.

Kapasitas spesifik  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  yang dibuat dari anatase  $\text{TiO}_2$  tergantung pada metode *milling* dan perlakuan temperatur panas, sedangkan *rutile*  $\text{TiO}_2$  menunjukkan kapasitas seragam yaitu sebesar 160,6-165,1 mAh/g terlepas dari perbedaan yang besar dengan parameter kandungan utama  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Secara keseluruhan, bubuk  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dengan kapasitas spesifik 165 mAh/g dapat disintesis dengan mengoptimalkan metode *milling* dan bahan awal (C.-H Hong dkk 2012).

## **2.6 Penelitian Sebelumnya yang Menggunakan Metode Hidrotermal pada Proses Sintesis $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$**

Beberapa penelitian telah dilakukan berkaitan dengan proses sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dengan menggunakan metode hidrotermal. Rangkuman akan beberapa penelitian tersebut dapat dilihat pada Tabel 2.3.



**Tabel 2.3** Penelitian Sebelumnya yang Menggunakan Metode Hidrotermal

<b>Peneliti</b>	<b>Metode</b>	<b>Hasil</b>
Jin-Yun Liao, dkk (2014)	Sintesis Lithium titanate dengan menggunakan bahan titanium foil, NaOH, $\text{Na}_2\text{Ti}_2\text{O}_5$ , HCl, dan LiOH. Pada proses sintesisnya menggunakan metode hidrotermal pada temperatur $220^\circ\text{C}$ selama 18 jam dan kalsinasi $600^\circ\text{C}$ selama 3 jam. Karakterisasi menggunakan XRD, SEM, HRTEM, CV, CD, dan EIS.	Didapatkan morfologi nanowire setelah annealing pada temperature $600^\circ\text{C}$ selama 3 jam. Hasil uji TEM menunjukkan batas butir yang besar telah terbentuk pada bahan komposit nanowire ini. Diameter rata-rata dari nanowire hasil uji SEM sebesar 80 nm. Kapasitas charge 129,3 mAh/g. Hasil CV elektroda nanowire antara 1-3 V (vs. $\text{Li}/\text{Li}^+$ ).
Jingyuan Liu, dkk (2015)	Sintesis Lithium titanate dengan menggunakan prekursor Na-Ti-O dan anatase $\text{TiO}_2$ 7,5 gram yang dilarutkan dalam 10 M NaOH. Proses sintesis dengan menggunakan hidrotermal pada temperature $150^\circ\text{C}$	Didapatkan carbon-coated $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ nanowire dengan diameter kira-kira 50 nm dengan metode CVD. Ketebalan carbon coated layer adalah kira-kira 6nm dan tersebar merata pada permukaan $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ nanowire dengan kapasitas 146

**Laporan Tugas Akhir**  
**Jurusan Teknik Material dan Metalurgi**



	selama 72 jam. Suspensi di saring dan dicuci hingga pH mendekati 7 lalu dikeringkan selama 12 jam temperature 70°C.	mAh/g dibawah 0,5C dan arus massa jenis yang tinggi 20C.
Hui Yan, dkk (2012)	Bahan yang digunakan, yaitu $\text{Ti}(\text{SO}_4)$ dan n-propyl alcohol, $\text{TiO}_2$ , LiOH. Campuran $\text{Ti}(\text{SO}_4)$ dan n-propyl alcohol dilakukan <i>isothermal water bath</i> pada 80°C. proses hidrotermal pada 100°C selama 20 jam. Kemudian, proses sintering pada 800°C selama 2 jam untuk membentuk serbuk akhir putih.	Struktur murni spinel berbentuk bola dari LTO terbentuk. Kondisi terbaik dengan metode hidrotermal pada reaksi $\text{TiO}_2$ anatase dicampur dengan 5M LiOH pada 100°C selama 20 jam dan prekursor dipanaskan 800°C selama 2 jam. Ukuran partikel sebesar 0,5 $\mu\text{m}$ dengan kapasitas 160 mAh/g pada 35 mA/g (0,2C) setelah 70 siklus dan 123 mAh/g pada 350 mA/g (2C) setelah 150 siklus. <i>Potential charge</i> 1,55 V.
Ki-Tae Kim, dkk (2015)	Sintesis menggunakan serbuk $\text{TiO}_2$ , NaOH, HCl. Proses hidrotermal dilakukan dua kali.	Hasil konduktivitas elektrik dapat mencapai $3 \times 10^{-1}$ S/cm. kapasitas 168 mAh/g untuk C-LTO Nws, mendekati 96%



**Laporan Tugas Akhir**  
**Jurusan Teknik Material dan Metalurgi**

	<p>Pada hidrotermal pertama menggunakan 170°C selama 48 jam. Pada hidrotermal kedua menggunakan 100°C selama 24 jam. Untuk membentuk <math>\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}</math>, dilakukan kalsinasi pada 750°C selama 6 jam dan <i>carbon coated</i> dengan menggunakan <i>pitch</i>.</p>	<p>dari kapasitas teoritik. Kapasitas <i>charge</i> 163 mAh/g dan <i>discharge</i> 165 mAh/g. Besar voltase 0,75V dan 0,55 V saat <i>discharge</i>, saat <i>charging</i> sebesar 0,8V dan 1V.</p>
<p>Yani Hui, dkk (2015)</p>	<p>Sintesa menggunakan metode hidrotermal dan dengan hidrotermal gelombang mikro, dengan bahan dasar <math>\text{TiO}_2</math> dan LiOH 2M. Sebagai perbandingan, untuk campuran pertama menggunakan <i>teflon-lined autoclave</i>, dan yang kedua menggunakan <i>autoclave</i> gelombang mikro.</p>	<p>Dihasilkan <math>\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}</math> dengan morfologi mesoporous dengan diameter rata-rata 40 nm. Kapasitas yang dihasilkan sebesar 148 mAh/g pada 10C.</p>

**Laporan Tugas Akhir**  
**Jurusan Teknik Material dan Metalurgi**



Bambang Priyono dkk (2015)	Sintesis menggunakan bahan $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ , etanol, HCl, dan LiOH. Temperatur yang digunakan sebesar $135^\circ\text{C}$ selama 15 jam dan dipadukan dengan proses sol-gel. Proses sintering pada temperatur $500^\circ\text{C}$ , $650^\circ\text{C}$ , $750^\circ\text{C}$	Hasil XRD menunjukkan terbentuk 4 senyawa, yaitu LTO, $\text{TiO}_2$ anatase, $\text{TiO}_2$ brookite, dan $\text{Li}_2\text{TiO}_3$ . Semakin tinggi temperatur sintering akan semakin memperbesar luas area.
----------------------------	--	--







***Laporan Tugas Akhir***  
***Jurusan Teknik Material dan Metalurgi***

---

***(halaman ini sengaja dikosongkan)***

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan Penelitian**

##### **3.1.1 Bahan Penelitian**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

1. Titanium Oksida ( $\text{TiO}_2$ ) anatase Merck 99%  
Dalam bentuk serbuk
2. *Lithium Hidroxide* ( $\text{LiOH}$ ) Merck 98%  
Dalam bentuk serbuk
3. *Sodium Hidroxide* ( $\text{NaOH}$ ) SAP Chemical 98%  
Dalam bentuk serbuk
4. *Hydrochloric Acid* ( $\text{HCl}$ ) SAP Chemical 98%  
Sebagai agen pertukaran ion (*ion exchange*)
5. Sukrosa ( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ )  
Sebagai sumber karbon pada proses carbon coating
6. *Lithium Hexaflourophosphate* ( $\text{LiPF}_6$ )  
Sebagai elektrolit pada pengujian *electrochemical performance*
7. Lithium Metal  
Sebagai *counter electrode* dan *working electrode*
8. Copper foil  
Sebagai *current collector*
9. *Polypropilene* (PP)  
Sebagai separator
10. *Acetylene Black* (AB)  
Dalam bentuk serbuk berwarna hitam sebagai *conductive agent*
11. *Polyvinylidene fluoride* (PVDF)  
Dalam bentuk serbuk berwarna putih sebagai *binder agent* bersama AB
12. *N-Methyl-2-pyrrolidone* (NMP) Merck 99.5%  
Dalam bentuk larutan, sebagai pelarut AB dan PVDF
13. Aquades/Air Suling ( $\text{H}_2\text{O}$ )



### **3.1.2 Peralatan dan Pengujian**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

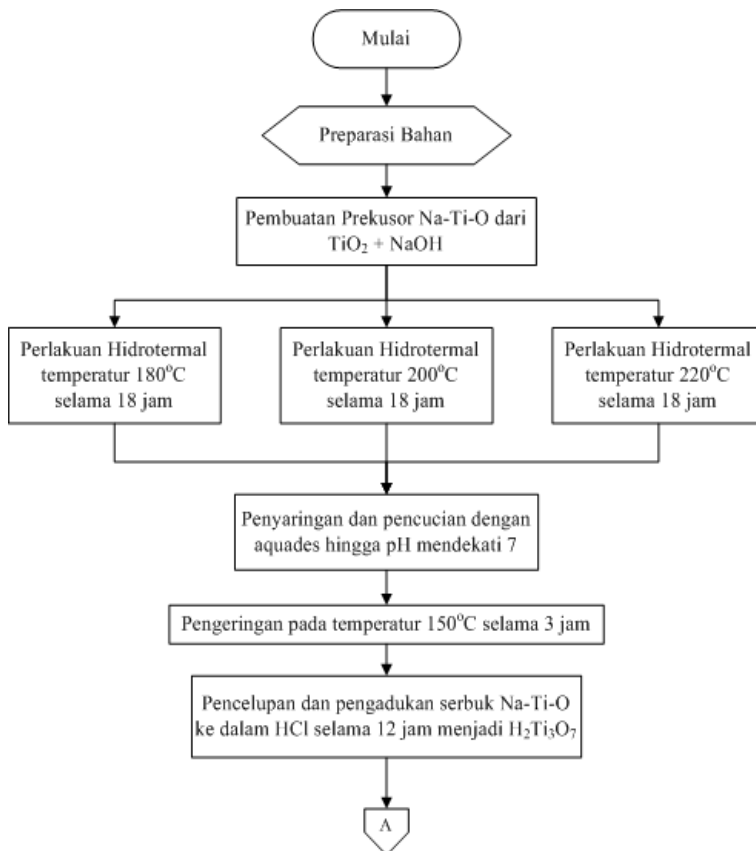
1. *Autoclave*  
Digunakan untuk proses hidrotermal.
2. Neraca Analitik (Digital)  
Digunakan untuk menimbang massa dari bahan-bahan penelitian seperti NaOH, TiO<sub>2</sub> anatase, dan LiOH
3. Kaca Arloji  
Digunakan sebagai tempat penimbangan bahan-bahan saat proses penelitian
4. *Mortar dan Pestle*  
Digunakan sebagai penghancur dan menghaluskan serta pencampuran dalam proses penelitian
5. *Beaker Glass*  
Digunakan untuk wadah melarutkan bahan dalam proses penelitian
6. Gelas Ukur  
Digunakan untuk mengukur volume larutan
7. Spatula  
Digunakan sebagai pengaduk dalam proses penelitian
8. *Hot plate with magnetic stirrer*  
Digunakan untuk mencampur dan mengaduk larutan agar menjadi homogen
9. *Muffle Furnace*  
Digunakan untuk melakukan pemanasan dalam proses hidrotermal dan proses pengeringan
10. *Crucible*  
Digunakan sebagai wadah specimen hasil sintesis hidrotermal dalam proses kalsinasi dan pengeringan
11. *Gloves*  
Untuk melindungi tangan saat bekerja dengan bahan-bahan berbahaya
12. Alat uji karakterisasi morfologi dan struktur material
  - a. *Scanning Electron Microscope* (SEM)
  - b. *X-ray Diffraction* (XRD)

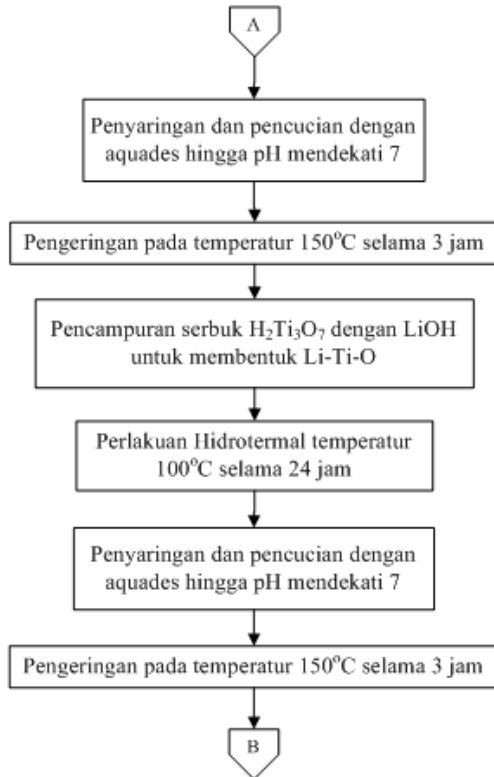


13. Alat uji *electrochemical performance*
- Galvanostatic charge-discharge* (CD)
  - Cyclic Voltammetry* (CV)
  - Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

### 3.2 Diagram Alir Penelitian

#### 3.2.1 Sintesis $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ (LTO)

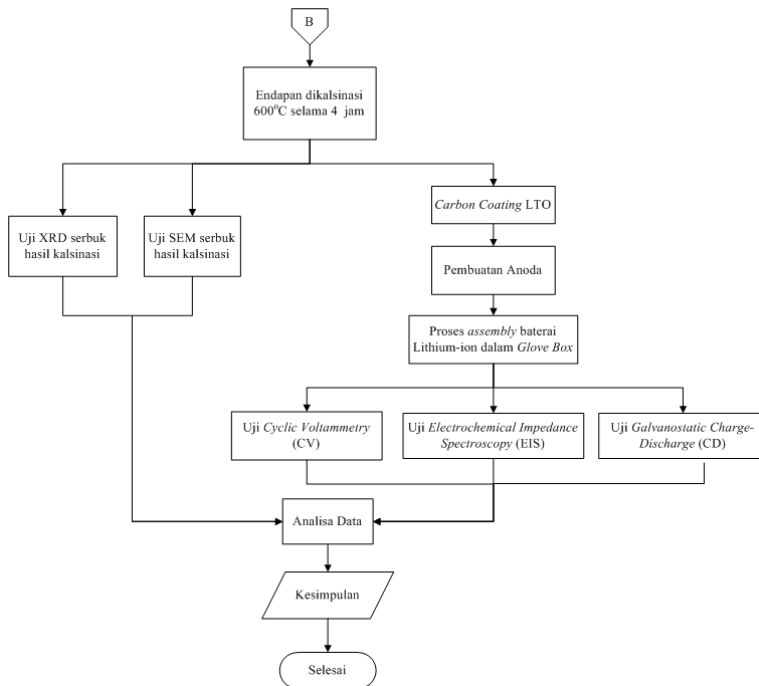




**Gambar 3.1** Diagram Alir Proses Sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$



### 3.2.2 Pengujian $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ (LTO)



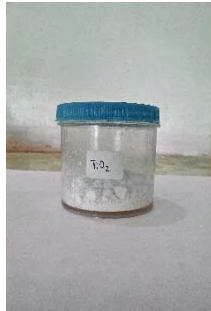
**Gambar 3.2** Diagram Alir Pengujian Sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$

### 3.3 Metode Penelitian

Dalam penelitian ini terdapat beberapa tahapan penelitian dalam mensintesis material anoda baterai ion lithium berupa  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Adapun tahapan-tahapan tersebut diantaranya :

#### 3.3.1 Preparasi Prekursor

Pada proses sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *nanowire* ini, hal pertama yang dilakukan adalah membuat prekursor Na-Ti-O dengan bahan utama berupa 2,8 gram  $\text{TiO}_2$  anatase serbuk yang dicampur dengan 25 mL NaOH 10 M. Kedua bahan ini dilarutkan bersama dengan bantuan *magnetic stirrer* sebagai pengaduknya hingga kedua bahan homogen.



(a)

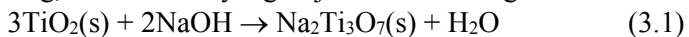


(b)

**Gambar 3.3** Bahan Prekursor (a) Serbuk Titanium Oksida ( $\text{TiO}_2$ ) dan (b) Serbuk Natrium Hidroksida ( $\text{NaOH}$ )

### 3.3.2 Proses Hidrotermal 1

Proses sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *nanowire* yang pertama dilakukan adalah dengan mencampurkan prekursor  $\text{TiO}_2$  dengan  $\text{NaOH}$ . Tujuan dari proses ini adalah untuk mereduksi  $\text{TiO}_2$  menggunakan  $\text{NaOH}$  untuk mendapatkan  $\text{Na-Ti-O}$ . Setelah itu, suspensi yang terbentuk dimasukkan ke dalam *teflon-lined autoclaved* dan dipanaskan dengan variasi temperatur  $180^\circ\text{C}$ ,  $200^\circ\text{C}$ ,  $220^\circ\text{C}$  dan waktu *holding* selama 18 jam. Kemudian didinginkan. Suspensi yang terbentuk, kemudian disaring dan dicuci dengan air suling hingga pH mendekati 7. Kemudian endapan serbuk putih  $\text{Na-Ti-O}$  yang didapat, dikeringkan pada temperatur  $150^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Saat proses hidrotermal 1 berlangsung, reaksi kimia yang terjadi adalah sebagai berikut.





(a)

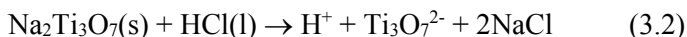


(b)

**Gambar 3.4** (a) Proses pengadukan prekursor dan (b) Proses Hidrotermal di dalam *muffle furnace*

### 3.3.3 Proses *Ion Exchange*

Proses ini melibatkan prekursor Na-Ti-O serbuk yang dicampurkan ke dalam 1 M HCl dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 12 jam. Tujuan pada proses ini adalah ion  $\text{Na}^+$  akan digantikan dengan ion  $\text{H}^+$  menghasilkan H-Ti-O *nanowire*. Kemudian, endapan yang dihasilkan, dicuci dengan air suling hingga pH mendekati 7. Endapan yang didapat, kemudian dikeringkan pada temperatur  $150^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Pada saat proses *ion exchange*, reaksi kimia yang terjadi adalah sebagai berikut.



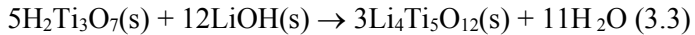
### 3.3.4 Proses Hidrotermal 2

Serbuk H-Ti-O yang dihasilkan, kemudian dicampur dengan 15,5 mL LiOH 0,6 M. Kedua bahan ini dilarutkan bersama dengan bantuan *magnetic stirrer* sebagai pengaduknya hingga kedua bahan homogen. Setelah itu, suspensi yang terbentuk dimasukkan ke dalam *teflon-lined autoclaved* dan dipanaskan dengan temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Suspensi yang terbentuk, kemudian disaring dan dicuci dengan air suling



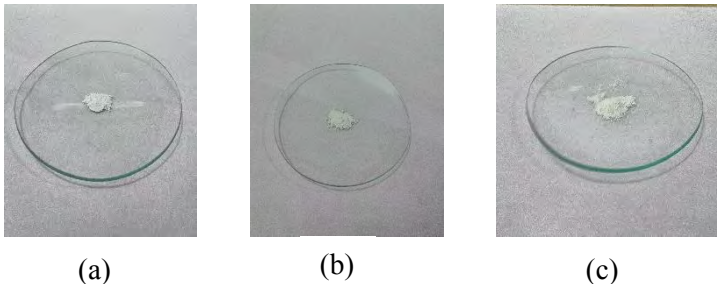


hingga pH mendekati 7. Untuk mendapatkan senyawa Li-Ti-O, kemudian endapan tersebut dikeringkan pada temperatur 150°C selama 3 jam.



### 3.3.5 Proses Kalsinasi

Proses kalsinasi dilakukan dengan tujuan untuk membentuk fasa *nanowire*, dan menguapkan sisa pelarut. Proses kalsinasi dilakukan dengan *muffle furnace* pada temperatur 600°C selama 4 jam.



**Gambar 3.5** Serbuk Li-Ti-O hasil sintesis hidrotermal setelah kalsinasi dengan waktu *holding* 18 jam dan variasi temperatur (a) 180°C; (b) 200°C; dan (c) 220°C

### 3.3.6 Pembuatan Slurry Anoda $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ *nanowire*

Serbuk hasil kalsinasi kemudian dipersiapkan untuk membuat *slurry* atau material aktif dalam anoda yang akan diuji performa elektrokimianya. Adapun *slurry* yang dimaksud adalah campuran dari serbuk  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  hasil kalsinasi sebanyak 80% dari berat total *slurry* yang ingin dibuat, 15 % *acetylene black* (AB) sebagai *conductive material* dan 5 % *Polyvinylidene fluoride* (PVDF) sebagai binder agar *slurry* mampu menempel pada *copper foil* sebagai *current collector*. Seluruh bahan kemudian dicampurkan menggunakan mortar berbahan agate dan di tumbuk hingga homogen. Selama proses penumbukan, campuran tersebut



kemudian ditetesi *N-Methyl-2-pyrrolidone* (NMP) secukupnya sebagai pelarut binder sehingga terjadi *curing*. *Slurry* tersebut kemudian di aplikasikan pada *copper foil* yang kemudian di keringkan pada furnace dengan temperatur 80°C selama 12 jam.



**Gambar 3.6** Bahan utama pembuatan *slurry*, (a) PVDF, (b) AB, (c) NMP, dan (d) lembaran anoda yang telah diaplikasikan pada *copper foil*

### **3.3.7 Assembly Baterai Ion Lithium (*half cell*)**

Sebelum dilakukan pengujian performa elektrokimia berupa *cyclic voltammetry* (CV), *galvanostatic charge-discharge*, dan *electrochemical impedance spectroscopy* (EIS), maka anoda perlu dirangkai kedalam baterai dengan cara sebagai berikut.



1. Mempersiapkan bahan anoda yang akan diuji dalam hal ini  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  yang telah dioleskan pada *copper foil*. Copper foil akan berfungsi sebagai *current collector*
2. Menimbang massa aktif bahan LTO yang akan diuji
3. Mempersiapkan larutan  $\text{LiPF}_6$  1 M sebagai elektrolit
4. Mempersiapkan *Casing coin cell* tipe CR2032, *spring battery*, dan *spacer battery*
5. Proses assembly dilakukan pada glove box dengan kondisi atmosphere argon, yang bertujuan agar tidak terjadi oksidasi pada bahan yang akan di rangkai
6. Melakukan clamping pada baterai yang telah dirangkai menggunakan mesin hidrolik

### **3.4 Pengujian Karakterisasi Material**

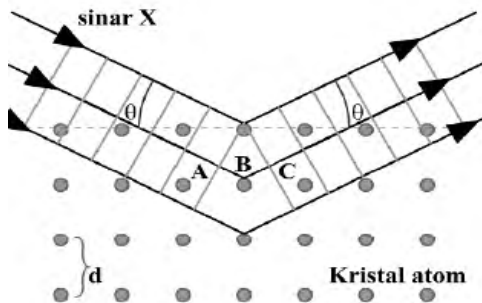
#### **3.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)**

*X-ray diffraction* (XRD) adalah suatu metode yang digunakan untuk mengidentifikasi unsur/senyawa secara kualitatif dan untuk menentukan komposisi secara kuantitatif.. Sehingga untuk keperluan identifikasi material yang tidak diketahui, contohnya material baru hasil reaksi, maka cukup dilakukan dua pengujian saja yaitu XRD dan juga SEM. Alat XRD yang digunakan bertipe PANalytical dengan *range* sudut  $10^\circ$ - $90^\circ$  dan menggunakan panjang gelombang  $\text{CuK}\alpha$  sebesar 1,54056 Å yang bertempat di Laboratorium Karakterisasi Material Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS. Sebelum dilakukan pengujian XRD, terlebih dahulu dilakukan preparasi terhadap sampel berupa digerus terlebih dahulu menggunakan mortar agar didapatkan ukuran yang homogen, kemudian sampel diletakkan di tengah-tengah *palte* agar tepat pada titik fokus hamburan sinar-X.

Pengujian XRD secara garis besar memanfaatkan difraksi dari sinar-X untuk mendapatkan data-data yang dibutuhkan. Cara kerja XRD dapat dilihat pada Gambar 3.7, yang pertama ialah generator tegangan tinggi yang berfungsi sebagai pembangkit daya sumber sinar-X, kemudian sampel yang sudah



dipreparasi diletakkan didalam X-ray tube. Setelah itu berkas sinar-X ditembakkan ke sampel dan sinar-X didifraksikan oleh sampel tersebut, kemudian sinar-X yang terdifraksi tadi masuk ke alat penerima berkas yang disebut Photographic Plate, nantinya data tersebut akan diolah lebih lanjut dan kemudian diterjemahkan menjadi bentuk spectroscopy/kurva.



**Gambar 3.7** Cara Kerja X-Ray Diffraction (XRD)

Dengan menggunakan XRD, maka akan diperoleh informasi sebagai berikut :

**Tabel 3.1** Hasil Informasi dari XRD

Karakter	Informasi dari material
Posisi puncak (2 $\theta$ )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Identifikasi fasa Kristal</li> <li>• Struktur Kristal</li> <li>• Parameter kisi</li> <li>• Regangan seragam</li> </ul>
Tinggi puncak (intensitas)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Identifikasi</li> <li>• Komposisi</li> <li>• Hamburan tak koheren</li> <li>• Extinction</li> <li>• Preferred-orientation</li> </ul>

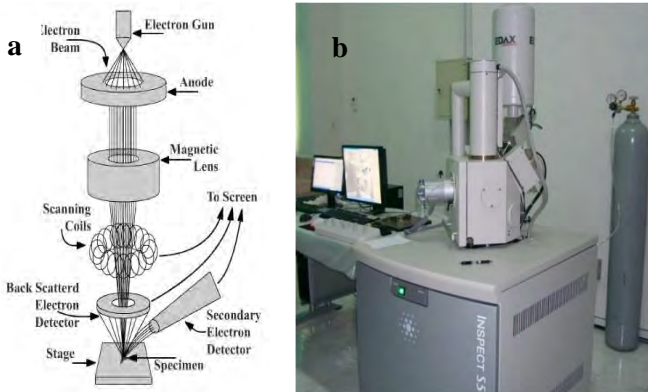


Lebar dan bentuk puncak	<ul style="list-style-type: none"><li>• Ukuran kristal (bukan partikel atau <i>grain</i>)</li><li>• Distribusi ukuran</li></ul>
-------------------------	---

Data XRD berupa kurva intensitas (counts/intensity) dan besar sudut ( $2\theta$ ) hamburan sinar. Untuk menentukan fasa yang terbentuk, dapat dilakukan dengan metode pencocokan terhadap difraksi acuan. Pada penelitian ini digunakan data standar yang diperoleh mekemudiani *Joint Committee of Powder Diffraction Standart* (JCPDS). JCPDS referensi dalam hal ini adalah No. 49-0207. Kemudian bantuan *software highscore plus*, pertama dilakukan pencarian puncak-puncak difraksi dari sampel (search peak), kemudian dilakukan pencocokan terhadap JCPDS referensi. Akan terlihat puncak yang bersesuaian terhadap acuan, dan apabila ditemukan puncak lain dengan intensitas tinggi namun tidak bersesuaian dengan acuan dapat dikatakan ada suatu pengotor yang harus diidentifikasi.

### **3.4.2 Scanning Electron Microscope (SEM)**

*Scanning Electron Microscope* (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang memanfaatkan sinar elektron berenergi tinggi dalam pola raster scan sehingga dapat menampilkan gambar morfologi sampel dengan perbesaran 2000-20.000x. Cara kerja SEM adalah dengan menembakkan elektron dari *electron gun* kemudian melewati *condensing lenses* dan pancaran elektron akan diperkuat dengan sebuah kumparan, setelah itu elektron akan difokuskan ke sampel oleh lensa objektif yang ada dibagian bawah. Pantulan elektron yang mengenai permukaan sampel akan ditangkap oleh *backscattered electron detector* (BSE) dan *secondary electron detector*. Dengan adanya BSE, maka akan tampak material yang ringan (berwarna terang) dan material yang berat (berwarna gelap), yang kemudian diterjemahkan dalam bentuk gambar pada *display monitor*. Skema proses kerja alat SEM dapat dilihat pada Gambar 3.8.



**Gambar 3.8** (a) Skema proses kerja SEM dan (b) Alat SEM Inspect S50

Alat uji SEM yang digunakan adalah Inspect S50 seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.3. Tempat pengujian dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Jurusan Teknik Material dan Metalurgi. Sampel yang digunakan berupa serbuk yang diletakkan pada holder dengan menggunakan selotip karbon double tape. Kemudian, sampel dimasukkan dalam spesimen chamber pada alat SEM. Sampel Lithium titanate diamati dengan berbagai perbesaran untuk dapat memahami morfologi serta ukuran dari struktur  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *nanowire* yang terbentuk.

### **3.5 Pengujian Performa Elektrokimia**

#### **3.5.1 Pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV)**

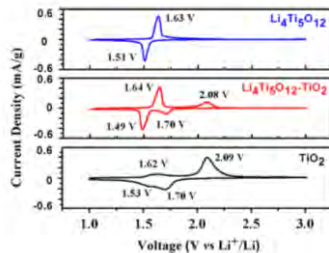
Pengujian *cyclic voltammetry* dilakukan di pusat studi fisika LIPI, Serpong menggunakan alat voltammetry *Automatic Battery Cycler* WonATech WBCS3000. *Pure* lithium digunakan sebagai elektroda pembanding,  $\text{LiPF}_6$  sebagai elektrolit, *copper foil* sebagai *current collector*, dan *lithium metal* sebagai *working electrode*.



Prinsip kerja dari alat CV adalah dengan memberikan potensial tertentu pada elektroda kerja, maka akan diketahui arus yang terjadi. Plot antara arus yang diukur dengan potensial kerja yang diberikan disebut *voltammogram*. Arus yang dihasilkan dari reaksi reduksi disebut arus katodik dan arus yang dihasilkan dari reaksi oksidasi disebut arus anodik. Berdasarkan potensialnya, CV dilakukan dengan metode bolak-balik sehingga informasi reduksi dan oksidasi dapat diketahui dengan baik. Dimulai dengan tanda polaritas negatif. Pada titik B potensial menjadi semakin negatif sehingga analit pada elektroda kerja dapat direduksi, ditandai dengan munculnya arus katodik. Proses reduksi berlangsung hingga hampir semua analit tereduksi, ditandai dengan munculnya puncak arus katodik pada titik C. Arus akan berkurang hingga mencapai titik D, dan tanda polaritas negatifnya mulai berkurang. Arus katodik terus berkurang hingga potensial mencapai titik E, kemudian arus katodik mulai dominan. Pada titik F arus anodik akan bertambah dengan berkurangnya konsentrasi analit yang tereduksi. Arus anodik berkurang dari puncak hingga kembali ke potensial awal. Alat uji CV dan contoh kurva hasil pengujian CV ditunjukkan oleh Gambar 3.9.



(a)



(b)

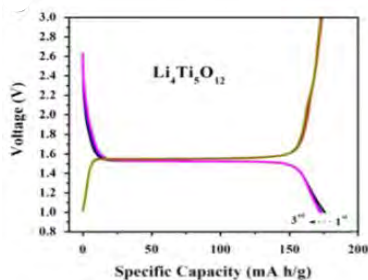
**Gambar 3.9** (a) Mesin Pengujian CD dan CV WonATech WBCS 3000 dan (b) Contoh kurva CV dari  $\text{TiO}_2$  nanowire,  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$   $\text{TiO}_2$  composite, dan  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  nanowire (Jin-Yun Liao dkk. 2014)



### 3.5.2 Pengujian *Galvanostatic charge-discharge* (CD)

Pengujian *galvanostatic charge/discharge* dilakukan di Laboratorium Baterai Lithium, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia-Fisika (LIPI-Fisika) menggunakan alat *Automatic Battery Cycler* WonATech WBCS3000. Pada penelitian ini dilakukan pengujian sebanyak 5 cycles dengan variasi c-rates, yaitu 0.1C, 0.5C, 1C, 2C, 5C, dan 0.1C

Pengujian *charge-discharge* berfungsi untuk mengetahui kemampuan suatu material dalam menyimpan energi. Kapasitas energi atau muatan dinyatakan dalam satuan mAh/gr. Tes *charge-discharge* dilakukan dengan kepadatan arus konstan. Kapasitas (Q) dapat dihitung berdasarkan waktu *charge-discharge* menggunakan rumus  $Q = I \times t$ , dimana I adalah kerapatan arus dan t adalah waktu. Pengaturan waktu dibagi menjadi 2 yaitu T1 sebagai waktu *charging*, dan T2 sebagai waktu *discharging*. Kemudian  $\Delta T$  untuk mengatur waktu jeda antara *charging* dan *discharging*. Pengaturan dari  $\Delta T$  diperlukan untuk mengamati tegangan dari baterai  $V_{ocv}$ . Kemudian didapatkan pengamatan rekaman waktu (t/ms), arus (i/Ma), dan tegangan (V/volt). Dari grafik itu dihasilkan grafik utama yang menunjukkan hasil dari proses *charge-discharge* yang menampilkan hubungan potensial (V/volt) dan waktu (t/ms) seperti yang terlihat pada Gambar 3.10.



**Gambar 3.10** Contoh kurva charge-discharge pada 0,1 C dari  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  nanowire (Jin-Yun Liao dkk. 2014)





### **3.5.3 Pengujian *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)**

Pengujian EIS pada penelitian ini dilakukan dengan alat HIOKI Hitester 3522-50 LCR yang dilakukan di Pusat Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia-Fisika LIPI, Serpong.

*Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) adalah suatu metode untuk menganalisa suatu elektroda terhadap sinyal potensial AC pada amplitudo rendah ( $\sim 10$  mV) dengan frekuensi 0,1–20000 Hz dari rentang frekuensi yang sangat lebar. Prinsip kerja alat ini adalah awalnya investigasi karakteristik listrik reaksi dalam elektrokimia menggunakan potensial DC sebagai signal pengukuran. Namun, penggunaan signal DC ini menyebabkan kondisi sistem elektrokimia yang teramati tidak berada pada fasa kesetimbangan reaksi sesungguhnya akibat potensial DC telah mengubah potensial reaksi yang terjadi. Dan informasi yang terekam pun merupakan kolektifitas seluruh kontribusi individual, sehingga kontribusi dari tiap individu yang merupakan parameter internal dinamik reaksi elektrokimia tidak dapat diekstrak dari data dengan signal DC ini. Kemudian dicoba dengan menumpangkan signal AC pada tegangan DC.

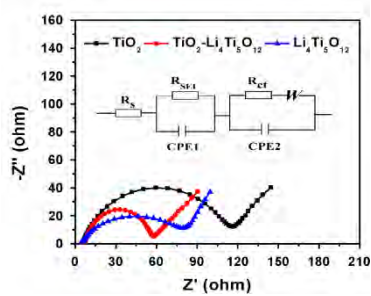
AC *impedance spectroscopy* merupakan teknik yang sangat bagus untuk menentukan parameter kinetik dari proses elektroda termasuk didalam elektrolit, pasivasi layer, charge transfer, dan  $\text{Li}^+$  diffusion. *Charge-transfer resistance* ( $R_{ct}$ ) salah satu parameter yang penting untuk mengkarakterisasikan kuantitatif kecepatan sebuah reaksi elektroda. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan signal perturbasi AC yang ditumpangkan pada tegangan DC, sehingga tidak mengganggu kesetimbangan dari reaksi elektrokimia sel. Spektrum frekuensi yang dibangkitkan akan mengidentifikasi perubahan impedansi komplek yang terkait dengan reaksi elektrokimia yang terjadi, yang menginterpretasikan gejala dinamika internal reaksi elektrokimia. Biasanya, resistansi *charge-transfer* yang besar menunjukkan reaksi elektrokimia yang lambat.  $R_{ct}$  dapat dihitung dari *electrochemical impedance spectroscopy* dengan nilai sama dengan diameter setengah lingkaran didalam region medium-



frekuensi, Contoh kurva hasil pengujian EIS ditunjukkan pada Gambar 3.



(a)



(b)

**Gambar 3.11** (a) Alat Uji EIS HIOKI Hitester 3522-50 LCR, dan  
(b) Hasil kurva pengujian spektroskopi impedansi elektrokimia dari  
sistem baterai lithium (Nyquist plot) (Jin-Yun Liao, 2014)



***(halaman ini sengaja dikosongkan)***

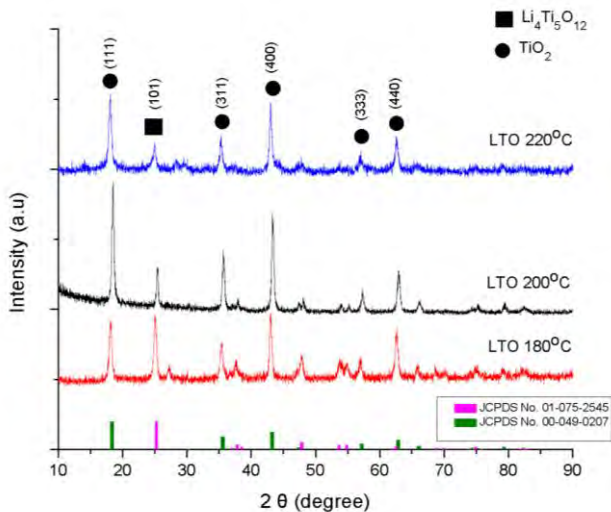
## BAB IV

### ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Analisa Hasil Karakterisasi Material

##### 4.1.1 Analisa Hasil Karakterisasi *X-ray Diffraction* (XRD)

Pengujian difraksi sinar-x dilakukan dengan mengambil serbuk  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  hasil sintesis yang sudah dikalsinasi, kemudian diuji menggunakan alat XRD *PANalytical* dengan range sudut  $2\theta=10^\circ\text{--}90^\circ$  menggunakan panjang gelombang  $\text{CuK}\alpha$  sebesar  $1,54 \text{ \AA}$ . Kemudian identifikasi fasa dilakukan menggunakan software *High Score Plus* untuk menentukan persentase kecocokan puncak difraksi yang muncul terhadap acuan JCPDS No.00-49-0207, dan untuk menentukan fasa pada setiap puncak difraksi dilakukan *matching* secara manual dengan membandingkan puncak difraksi yang muncul.



**Gambar 4.1** Pola difraksi serbuk  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dengan acuan JCPDS No.00-049-0207

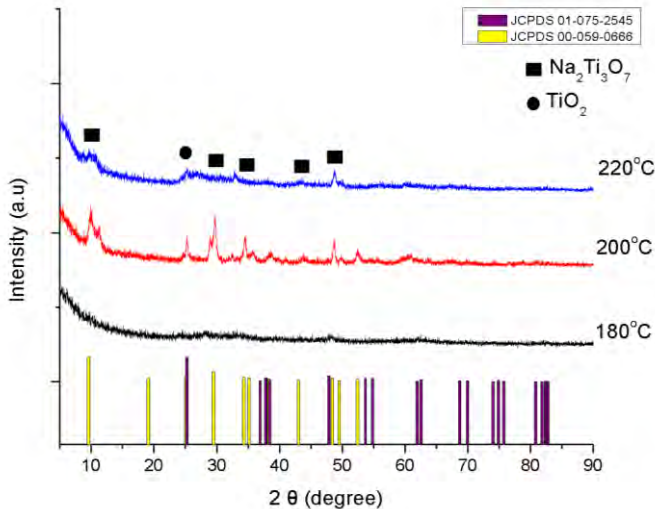


Hasil pola difraksi sinar-x  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  pengaruh temperatur hidrotermal pada temperatur 180°C, 200°C dan 220°C selama 18 jam seperti ditunjukkan oleh Gambar 4.1 diatas menandakan bahwa dengan proses sintesis metode hidrotermal, telah mampu membentuk fasa  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Namun, pada semua grafik pola XRD menunjukkan bahwa terdapat dua fasa dominan yang terbentuk, yaitu  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dan  $\text{TiO}_2$  anatase dengan struktur tetragonal (JCPDS No.01-075-2545) yang diberi grafik warna hijau dan pink

Berdasarkan metode pencocokan manual terhadap puncak difraksi yang muncul, dapat disimpulkan ketiga variabel yang diujikan telah memiliki kesesuaian dengan JCPDS No.00-49-0207. Puncak difraksi (2 $\theta$ )  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  terjadi pada 18°, 35°, 43°, 57°, 63°, dan 66°. Sedangkan, masing-masing peak pengotor  $\text{TiO}_2$  terletak pada 2 $\theta$  25.1070° untuk sampel 180°C, 25.3520° untuk sampel 200°C, dan 25.0100° untuk sampel 220°C.

Adanya peak pengotor tersebut dapat muncul kemungkinan disebabkan oleh prekursor  $\text{TiO}_2$  yang tidak bereaksi secara sempurna pada proses hidrotermal 1 untuk membentuk senyawa sodium titanate seperti yang terlihat pada grafik uji XRD Gambar 4.2 dibawah ini. Dimana pada grafik tersebut masih ditemukan adanya peak milik  $\text{TiO}_2$  anatase pada sampel 200°C dan 220°C, selain peak milik  $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$  yang sesuai dengan JCPDS No.00-059-0666.

Kemungkinan lain terbentuknya titanium dioksida anatase juga dapat disebabkan oleh adanya hidrogen titanate hasil ion exchange dengan HCl yang tidak ikut bereaksi bersama  $\text{Li}^+$ , dimana setelah dilakukan kalsinasi akan membentuk struktur kristalnya kembali. Hal ini dapat menyebabkan terbentuknya peak milik  $\text{TiO}_2$  pada hasil analisa XRD, terutama pada LTO 180°C, dimana temperatur hidrotermal yang terlalu rendah membuat proses kristalisasi serbuk  $\text{TiO}_2$  belum bereaksi sempurna, sehingga peak  $\text{TiO}_2$  masih dominan.



**Gambar 4.2** Pola difraksi serbuk  $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$  dengan acuan JCPDS No.00-59-0666

Material dengan variasi temperatur hidrotermal  $200^\circ\text{C}$  selama 18 jam memiliki intensitas yang paling tinggi pada peak tertingginya  $2\theta$   $18.5051^\circ$ , yaitu sebesar 483. Hal ini menunjukkan material dengan temperatur  $200^\circ\text{C}$  selama 18 jam merupakan yang paling kristalin dibandingkan dengan variasi temperatur lainnya.

Untuk mendukung hipotesis bahwa proses sintesis menghasilkan fasa  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ , maka dihitung parameter kisi sampel yang telah di uji XRD dan kemudian di bandingkan dengan parameter kisi yang tertera pada JCPDS No.00-49-0207. Senyawa  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  memiliki sistem kristal kubik dengan parameter kisi  $a=b=c$ , setelah dihitung menggunakan persamaan 4.1 maka didapatkan nilai a, b, c untuk setiap sampel.



$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (4.1)$$

Nilai  $d$  pada persamaan 4.1 didapat dari variabel sampel. Nilai  $h$ ,  $k$ ,  $l$  didapatkan dari JCPDS acuan dengan peak yang bersesuaian dengan sampel pengujian. Setelah dilakukan perhitungan, maka didapatkan parameter kisi dari ketiga sampel yang diperlihatkan pada Tabel 4.1 berikut.

**Tabel 4.1** Pengaruh temperatur hidrotermal  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  terhadap parameter kisi hasil sintesis

Parameter Kisi (Å)	JCPDS 49-0207 (Å)	LTO 180°C (Å)	LTO 200°C (Å)	LTO 220°C (Å)
$a=b=c$	8.3588	8.442899	8.304803	8.476553

Berdasarkan hasil perhitungan parameter kisi yang diperoleh pada Tabel 4.1 diatas, terlihat bahwa hasil nilai  $a$ ,  $b$ , dan  $c$  tidak jauh berbeda. Selain itu, terlihat pula parameter kisi dari sampel sangat bersesuaian dengan JCPDS No.00-49-0207. Hal ini membuktikan bahwa struktur kristal LTO 200°C dari hasil sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  adalah yang paling mendekati nilai JCPDS dengan struktur kristal kubik. Pada sampel LTO 220°C 18 jam memiliki ukuran parameter kisi yang lebih besar dari pada sampel yang lain. Hal ini menunjukkan terjadinya sedikit pelebaran pada nilai  $a$ ,  $b$ , maupun  $c$ .

Untuk mengetahui pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran kristal ( $D$ ), maka perlu dilakukan perhitungan menggunakan data dari puncak difraksi tertinggi yang kemudian diolah menggunakan formula *Scherrer* sesuai dengan persamaan 4.2 berikut.

$$D = \frac{0.9 \lambda}{B \cos \theta} \quad (4.2)$$

dimana  $D$  adalah ukuran kristal (Å),  $\lambda$  merupakan panjang gelombang  $\text{CuK}\alpha$ , yaitu sebesar 1.54056 Å.  $B$  adalah lebar



setengah puncak (FWHM) dalam radian yang diambil dari puncak difraksi tertinggi.

Data hasil perhitungan ukuran kristal ketiga sampel dapat dilihat pada Tabel 4.2.

**Tabel 4. 2** Hasil perhitungan ukuran kristal (D) dengan variasi temperatur hidrotermal 180°C, 200 °C dan 220 °C

Waktu	T (°C)	FWHM (°)	B (rad)	$\theta$ (°)	Cos $\theta$ (°)	D (nm)
18 Jam	180	0.4977	0.008558	9.0559	0.9874	<b>16.408</b>
	200	0.3452	0.005841	9.1286	0.9873	<b>24.043</b>
	220	0.5078	0.008736	9.0559	0.9875	<b>16.071</b>

Berdasarkan data pada Tabel 4.2, terlihat pengaruh adanya variasi temperatur hidrotermal menyebabkan ukuran kristal menurun. FWHM (*Full Width at Half Maximum*) yang terdapat pada puncak-puncak difraksi memiliki hubungan yang berbanding terbalik dengan besar kristal, semakin lebar FWHM yang dihasilkan pada pola, maka semakin kecil ukuran kristal yang didapat. Ketika temperatur 180°C ukuran kristal sebesar 16.408 nm. Namun, saat temperatur dinaikkan 200°C, ukuran kristal meningkat 24.043 nm. Ketika temperaturnya dinaikkan menjadi 220°C, ukuran kristal menurun drastis menjadi 16.071 nm atau dapat dikatakan mengalami penurunan sebesar 7.972 nm. Ukuran kristal ini pada umumnya akan berpengaruh terhadap hasil pengujian performa elektrokimia dari sampel yang akan dijadikan anoda.

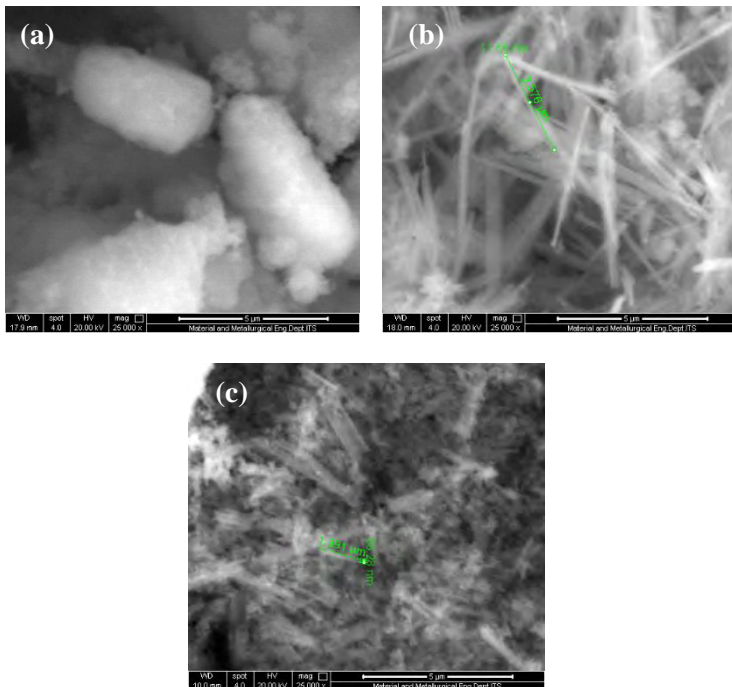
Berdasarkan puncak difraksi dari ketiga variasi temperatur pada Gambar 4.1, sampel pada temperatur 200°C menunjukkan puncak difraksi tajam dengan intensitas LTO yang paling tinggi. Semakin tinggi intensitas, maka semakin tinggi pula sifat kristalinitasnya. Material yang memiliki sifat kristalin yang tinggi, maka susunan atomnya lebih rapi, teratur dan memiliki arah orientasi tertentu.





#### 4.1.2 Analisa Hasil Karakterisasi *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilakukan untuk mengetahui morfologi dari lithium titanate (LTO). Karakterisasi senyawa  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  hasil sintesis, menggunakan instrumen SEM FEI Inspect S50. Hasil uji SEM pada spesimen dengan variasi temperatur hidrotermal 180°C, 200°C dan 220°C diperlihatkan pada Gambar 4.3 berikut.



**Gambar 4.3** Morfologi  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dengan variasi temperatur hidrotermal (a) 180°C, (b) 200°C dan (c) 220°C dengan perbesaran 25.000x

Berdasarkan Gambar 4.3, pada setiap sampel yang diteliti, terlihat gambar morfologi dari  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  berbentuk seperti jarum (fiber)



dengan arah yang tidak beraturan (H.W Lu, 2007). Morfologi yang dihasilkan dari ketiga sampel yang diuji, diindikasikan sebagai struktur *nanowire*. Menurut M.T Bojork (2002), *nanowire* didefinisikan sebagai semua material yang berwujud solid dengan diameter kurang dari 100 nm dengan panjang berapapun.

Untuk memperjelas hasil pengukuran, maka data ditampilkan dalam bentuk tabel yang dapat dilihat pada Tabel 4.3 berikut.

**Tabel 4.3** Distribusi ukuran partikel berdasarkan hasil SEM

Waktu	T Hidrotermal (°C)	Dimensi partikel	
		Panjang (µm)	Lebar (nm)
18 Jam	180	-	-
	200	3.576	11.66
	220	1.391	58.23

Berdasarkan Gambar 4.3 dan tabel distribusi ukuran partikel pada Tabel 4.3, seluruh morfologi sampel memperlihatkan struktur adanya *dual phase* antara  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dan  $\text{TiO}_2$ . Sampel dengan temperatur hidrotermal 180°C (a) belum menunjukkan adanya indikasi morfologi *nanowire*. Tampak partikel  $\text{TiO}_2$  dengan ukuran yang terdistribusi seragam (homogen) menutupi partikel  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  yang berbentuk seperti jarum. Dalam sampel tersebut, terlihat struktur *nanowire* belum terbentuk secara sempurna atau dapat dikatakan bahwa morfologi tersebut belum dapat diindikasikan sebagai struktur *nano*. Hal ini dapat disebabkan oleh reaksi yang terjadi belum sempurna dan temperatur hidrotermal yang digunakan terlalu rendah.

Sampel dengan temperatur hidrotermal 200°C (b) memiliki ukuran dimensi partikel 3.5767 µm x 11.66 nm yang menunjukkan bahwa partikel yang terbentuk adalah *nanowire*. Pada sampel ini, tampak struktur *nanowire* yang tersebar secara tidak merata pada permukaan dan tampak masih adanya partikel  $\text{TiO}_2$  berbentuk partikel bulatan kecil pada permukaan. Hasil sampel dengan temperatur hidrotermal 220°C (c) memiliki ukuran 1.391 µm x 58.28 nm. Pada sampel dengan temperatur 220°C, hasil yang didapat hampir sama dengan sampel pada temperatur 200°C.



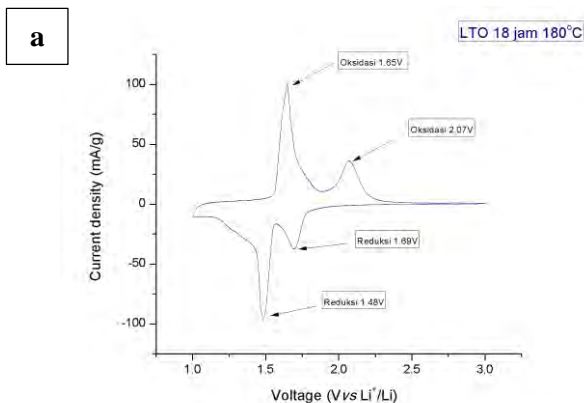
Dari hasil yang didapatkan, semakin besar temperatur hidrotermal, struktur (panjang) *nanowire* menjadi lebih pendek dan lebarnya akan membesar (Jingyuan Liu, 2015). Dapat ditarik kesimpulan pula bahwa temperatur hidrotermal terbaik adalah saat temperatur 200°C. Hasil ini didukung dengan hasil uji XRD, dimana tingkat kiralinitas dan intensitas paling tinggi adalah  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dengan temperatur hidrotermal 200°C.

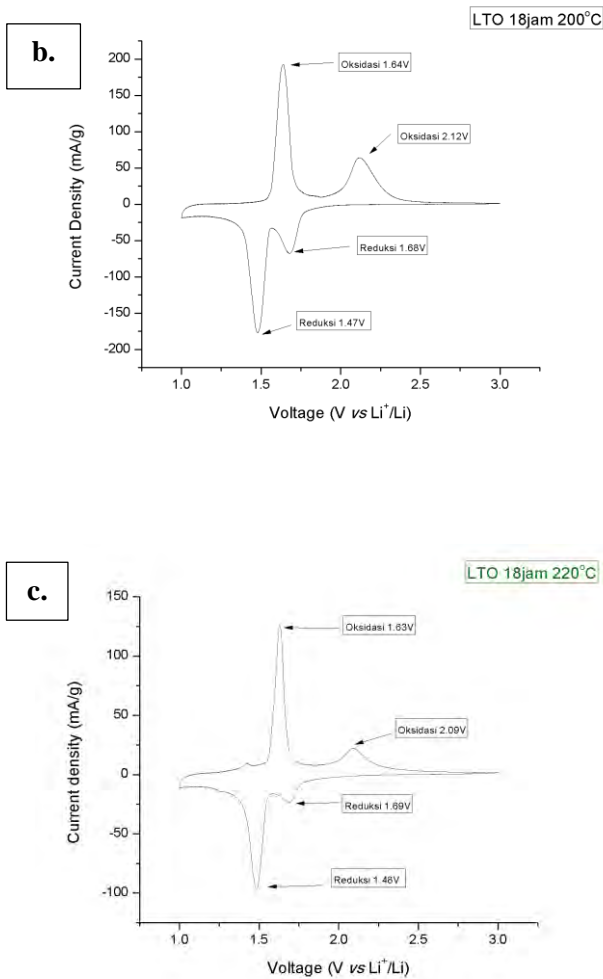
## 4.2 Analisa Hasil Pengujian Performa Elektrokimia

### 4.2.1 Analisa Hasil Pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV)

Uji *cyclic voltammetry* (CV) dilakukan untuk melihat adanya reaksi oksidasi dan reduksi pada saat proses *charging/discharging*. Selain itu, uji CV dilakukan untuk menganalisis aktivitas elektrokimia yang dihasilkan oleh senyawa  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Alat uji menggunakan voltammetry *Automatic Battery Cycler* WonATech WBCS3000 di Pusat Studi Baterai Fisika LIPI, Serpong. Instrumen tersebut menggunakan *pure* lithium sebagai elektroda pembanding,  $\text{LiPF}_6$  sebagai elektrolit, *copper foil* sebagai *current collector*, dan *lithium metal* sebagai *working electrode*. Pengujian menggunakan *scan rate* 0.1 mV/s dalam rentang tegangan sebesar 1-3 V.

Hasil pengujian *cyclic voltammetry* ditampilkan dalam bentuk grafik seperti pada Gambar 4.4 berikut.





**Gambar 4.4** Grafik *voltamogram* hasil pengujian *cyclic voltammetry* (CV) dengan variasi temperatur (a) 180°C, (b) 200°C, dan (c) 220°C



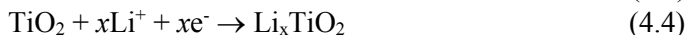
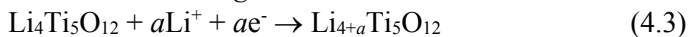
Berdasarkan Gambar 4.4, dapat diamati grafik yang terbentuk akibat pengaruh temperatur hidrotermal. Dari gambar tersebut didapatkan informasi mengenai intensitas arus oksidasi dan reduksi pada setiap sampel, kemudian jumlah oksidasi dan reduksi setiap siklusnya. Pada gambar terlihat adanya 2 puncak oksidasi dan 2 puncak reduksi pada hasil uji CV ketiga sampel. Pada temperatur 180°C (a) puncak oksidasi berada pada 1.65V dan 2.07V, puncak reduksi berada pada 1.48V dan 1.69V. Pada temperatur 200°C (b) puncak oksidasi berada pada 1.64V dan 2.12V, puncak reduksi pada 1.47 dan 1.68V. Pada temperatur 220°C (c) puncak oksidasi berada pada 1.63V dan 2.09V, puncak reduksi berada pada 1.48V dan 1.69V.

Pada grafik voltammogram tersebut, tampak adanya 2 puncak oksidasi dan 2 puncak reduksi. Menurut Jin-Yun Liao (2014), puncak oksidasi 1.64V dan puncak reduksi 1.49V merupakan puncak redoks milik  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ , sedangkan puncak oksidasi 2.08V dan puncak reduksi 1.70V merupakan puncak redoks milik  $\text{TiO}_2$ .

Pada ketiga sampel tersebut, terdapat dua pasangan puncak redoks yang nilainya mendekati nilai puncak redoks milik  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dan  $\text{TiO}_2$ . Hal ini menunjukkan bahwa material elektroda yang diuji memiliki dua fasa, yaitu  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dan  $\text{TiO}_2$ . Hasil ini sesuai dengan hasil karakterisasi XRD yang memperlihatkan hasil sintesis LTO yang terdiri dari fasa  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dan  $\text{TiO}_2$ .

Pada Gambar 4.4 terlihat perbedaan intensitas arus anodik dan katodik yang terjadi pada setiap sampel. Reaksi redoks pada elektroda mengikuti persamaan berikut :

Reduksi/interkalasi/*discharge* :



Oksidasi/de-interkalasi/*charge* :



Ketika proses reduksi,  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  diubah menjadi  $\text{Li}_{4+a}\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Hal ini karena adanya interkalasi ion  $\text{Li}^+$  ke dalam anoda



$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Proses *charging* diperlihatkan dengan adanya puncak oksidasi, dimana  $\text{Li}_{4+a}\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  terdekomposisi kembali menjadi  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Pada pasangan puncak oksidasi/reduksi pertama, terjadi litiasi/delitiasi ion  $\text{Li}^+$  pada spinel LTO. Pada pasangan puncak oksidasi/reduksi yang kedua, terjadi insersi/ekstraksi ion  $\text{Li}^+$  pada  $\text{TiO}_2$  anatase.

Pada Gambar 4.4 menunjukkan hasil CV ketiga sampel yang memiliki intensitas arus oksidasi dan reduksi yang berbeda. Hal ini mengindikasikan adanya jumlah ion  $\text{Li}^+$  yang mampu dilepaskan. Semakin besar nilai intensitas arus reaksi, menunjukkan semakin besar pula kapasitas spesifik dari baterai tersebut. Perhitungan intensitas arus oksidasi dan intensitas arus reduksi diperlihatkan pada Tabel 4.4 berikut.

**Tabel 4.4** Puncak arus oksidasi dan reduksi pada pengujian CV

Variasi Temperatur (°C)	Intensitas arus oksidasi (mA/g)		Intensitas arus reduksi (mA/g)	
	Oksidasi 1	Oksidasi 2	Reduksi 1	Reduksi 2
180	100.512	32.07	-95.37	-36.87
200	192.461	64.12	-177.06	-67.07
220	126.321	22.78	-96.67	-23.47

Pada Tabel 4.4 diatas, terlihat sampel dengan temperatur hidrotermal 200°C dan waktu *holding* 18 jam memiliki intensitas arus yang paling tinggi. Hal ini menunjukkan pula bahwa sampel dengan temperatur hidrotermal 200°C memiliki nilai kapasitas spesifik yang paling besar dari pada kedua sampel yang lain.

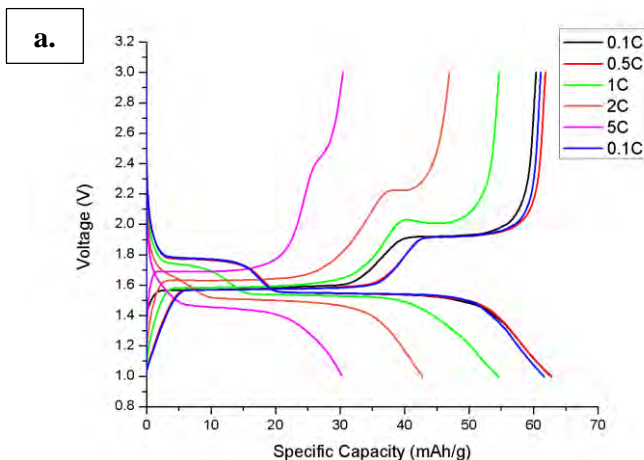
#### **4.2.2 Analisa Hasil Pengujian *Galvanostatic charge-discharge* (CD)**

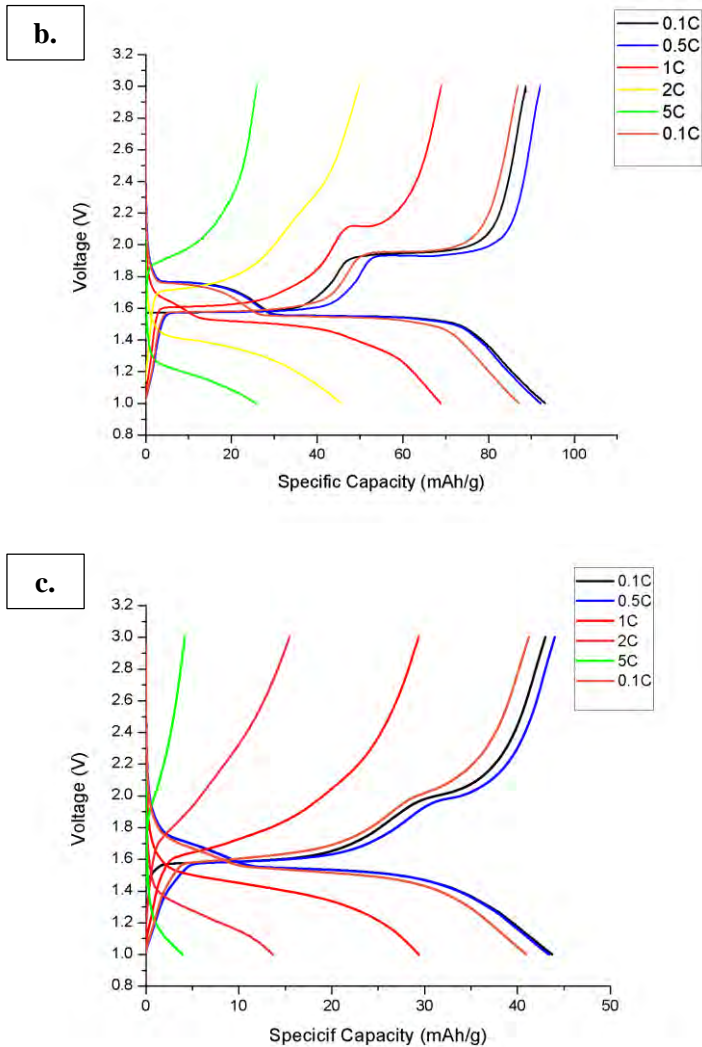
Pengujian *galvanostatic charge-discharge* (CD) menggunakan alat *Automatic Battery Cycler* WonATech WBCS3000. Tujuan dari pengujian ini adalah untuk memperoleh kapasitas spesifik dari anoda pada saat *charging*, maupun



discharging dan dapat juga diperoleh data mengenai stabilitas anoda saat interkalasi dan deinterkalasi ion lithium. Sel baterai yang digunakan terdiri dari elektroda  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ , *lithium metal*, dan 1M  $\text{LiPF}_6$  sebagai elektrolit. Pada saat proses *charging*,  $\text{Li}^+$  mengalami interkalasi ke dalam material anoda (Li) dan ketika *discharging*,  $\text{Li}^+$  mengalami deinterkalasi dari material anoda yang masuk ke dalam  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .

Istilah *charge/discharge rate* atau C-rate digunakan untuk menggambarkan bagaimana kecepatan sel dapat di charge atau discharge. Nilai C pada pengujian *charge/discharge* menunjukkan salah satu kapasitas *charge* teoritis dari sel atau baterai (mAh) atau nilai kapasitas dari sel/baterai, sebagai indikasi oleh pembuat. Sebagai contoh, sebuah baterai memiliki kapasitas 1000 mAh, jadi baterai tersebut memiliki kemampuan 1000 mA selama 1 jam apabila dilakukan pengisian 1C. Nilai 1C sering diasumsikan sebagai satu jam discharge, 0.5C akan menjadi 2 jam dan 0.1C akan menjadi 10 jam. Nilai C-rate antara 2 dan 10C disebut medium high rate. Nilai C-rate lebih dari 10C disebut high rate. Informasi pada saat proses charging dan discharging baterai, ditampilkan dalam bentuk kurva yang disajikan pada Gambar 4.5 berikut.





**Gambar 4.5** Grafik *charge-discharge* sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  pengaruh temperatur hidrotermal (a)  $180^\circ\text{C}$  (b)  $200^\circ\text{C}$  dan (c)  $220^\circ\text{C}$





Pada Gambar 4.5 diatas, pengujian CD dengan variasi C-rates 0.1C, 0.5C, 1C, 2C, 5C dan kembali ke 0,1C selama 30 siklus mengindikasikan bahwa sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 200°C memiliki nilai kapasitas spesifik yang paling tinggi dari pada kedua sampel lainnya, yaitu sebesar 93.222 mAh/g. Nilai ini sangat tinggi sekali bila dibandingkan dengan nilai kapasitas spesifik material dengan temperatur 180°C, yaitu 62.812 mAh/g. Nilai kapasitas spesifik terendah terdapat pada sampel dengan variasi temperatur 220°C, yaitu sebesar 44 mAh/g.

Berdasarkan nilai kapasitas spesifik tersebut, hal ini sesuai dengan hasil morfologi dari ketiga sampel, dimana sampel dengan temperatur 200°C memiliki nilai lebar (diameter) *nanowire* yang paling kecil, sehingga akan menurunkan *diffusion path* ion lithium untuk melakukan interkalasi atau deinterkalasi. Sampel dengan temperatur 200°C juga memiliki panjang *nanowire* paling besar, sehingga akan memperbesar *surface area* terjadinya kontak antara elektroda dan elektrolit yang mengakibatkan ion lithium akan lebih banyak melakukan interkalasi/deinterkalasi. Kedua penyebab ini akan meningkatkan kapasitas spesifik dari anoda  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .

Hasil pengujian *charge/discharge* dengan banyaknya 30 siklus pada 0.1C dapat dilihat pada Tabel 4.5 berikut.

**Tabel 4.5** Hasil pengujian *charge/discharge* pada sampel 180°C, 200°C, dan 220°C sebanyak 30 siklus pada 0.1C

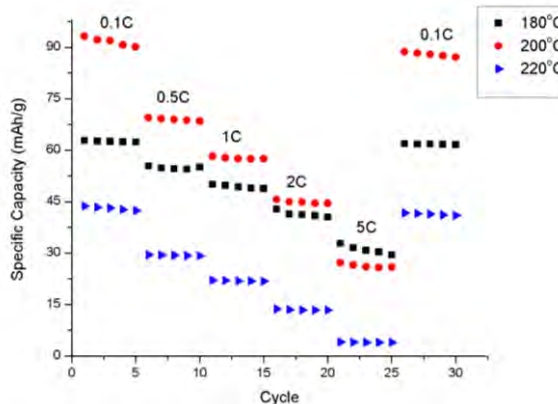
Sampel	Kapasitas Awal (mAh/g)	Kapasitas Akhir (mAh/g)
LTO 180°C	62.811	61.889
LTO 200°C	93.223	88.749
LTO 220°C	44	41.703

Pada hasil uji CD Gambar 4.5, terlihat adanya *plateau* dari fasa  $\text{TiO}_2$ . Adanya fasa  $\text{TiO}_2$  dalam *plateau* tersebut dapat



menurunkan nilai *specific capacity* dari  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Menurut Jin-Yun Liao (2014), *voltage plateau* tersebut terletak antara 1.7V-2.0V dan diindikasikan sebagai insersi lithium ion/ekstraksi  $\text{TiO}_2$  anatase.

Selain pengujian charge/discharge yang dilakukan untuk mengetahui kemampuan elektroda dalam menahan terjadinya penurunan nilai kapasitas spesifik terhadap banyaknya siklus yang diberikan, perlu juga dilakukan pengujian untuk melihat ketahanan elektroda dalam mengalami penurunan nilai kapasitas spesifik terhadap jumlah intensitas arus yang diberikan. Grafik hasil pengujian besar ketahanan terhadap variasi C-rates ditampilkan pada Gambar 4.6 berikut.



**Gambar 4.6** Grafik *charge-discharge* variasi *C-rates* dari 0.1C hingga 30C dan kembali ke 0.1C pada sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$

Pada Gambar 4.6 diatas, diperlihatkan bahwa nilai kapasitas spesifik dari ketiga sampel menurun bersamaan dengan naiknya nilai C-rate yang diberikan. Namun setelah nilai C-rate dikembalikan 0.1C, nilai dari kapasitas spesifik yang dihasilkan kembali mendekati nilai kapasitas spesifik awal pada siklus pertama.



**Laporan Tugas Akhir**  
**Jurusan Teknik Material dan Metalurgi**

**Tabel 4.6** Hasil pengujian *charge/discharge* pada sampel 180°C, 200°C, dan 220°C terhadap variasi C-rate 0.1C, 0.5C, 1C, 2C dan 5C

Sampel	Kapasitas Awal (mAh/g)	Kapasitas Akhir (mAh/g)
LTO 180°C	62.812	30.278
LTO 200°C	93.222	25.783
LTO 220°C	44	3.936

Berdasarkan Tabel 4.6 diatas, dapat dilihat bahwa sampel 200°C memiliki nilai kapasitas awal yang paling besar terhadap variasi C-rate yang diberikan. Semakin besar C-rate yang diberikan, akan semakin banyak arus yang dipaksakan (tiap gram bahan elektrodanya), sehingga kemampuan LTO selama proses interkalasi/deinterkalasi ion  $\text{Li}^+$  akan semakin berkurang. Hal ini dapat mempengaruhi stabilitas  $\text{Li}_4\text{T}_5\text{O}_{12}$  selama proses interkalasi/deinterkalasi, yang ditunjukan melalui penurunan nilai kapasitas spesifik pada C-rate yang lebih besar. Namun, dari ketiga sampel, penurunan kapasitas terhadap variasi C-rate yang diberikan masih sangat besar. Hal ini disebabkan oleh adanya fasa  $\text{TiO}_2$  yang memiliki kemampuan *high rate performance* yang buruk, dimana apabila dilakukan *charging/discharging* dengan C-rate yang tinggi, dapat mengalami penurunan kapasitas spesifik yang tinggi juga, karena pada C-rate yang tinggi, ikatan antar atom pada  $\text{TiO}_2$  akan semakin melemah sehingga stabilitasnya akan semakin menurun.

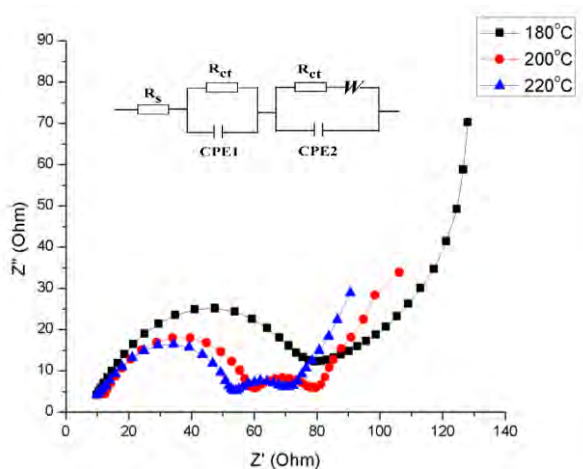
Berdasarkan Gambar 4.6, menunjukkan bahwa sampel dengan temperatur 200°C memiliki ketahanan kapasitas paling baik dibandingkan sampel lainnya. Selain itu, sampel dengan temperatur hidrotermal 200°C memiliki *rate capability* yang paling baik, karena memiliki nilai kapasitas yang tidak jauh berbeda pada 0.1C, 0.5C, 1C, 2C dan 5C, yaitu sebesar 93.223 mAh/g, 69.466 mAh/g, 58.204 mAh/g, 45.612 mAh/g, 27.164 mAh/g. Kemampuan *rate capability* dari sebuah material, juga dapat diketahui dari pengujian *electrochemical impedance spectroscopy* (EIS).



#### **4.2.3 Analisa Hasil Pengujian *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)**

Pengujian EIS dilakukan menggunakan alat HIOKI Hitester 3522-50 LCR pada sel baterai lithium ion dengan anoda  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dan elektrolit 1M  $\text{LiPF}_6$ . Data yang didapatkan berupa grafik *Nyquist plot* dengan sumbu-x adalah tahanan real ( $Z'$ ) dan sumbu-y adalah nilai tahanan dalam bidang imajiner ( $Z''$ ).

Nilai dari impedansi diperlukan untuk menginterpretasi kecepatan difusi  $\text{Li}^+$  yang terjadi antara *interface* pada anoda  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dan larutan elektrolit  $\text{LiPF}_6$ . Grafik hasil pengujian EIS dengan pengaruh temperatur hidrotermal  $180^\circ\text{C}$ ,  $200^\circ\text{C}$  dan  $220^\circ\text{C}$  terhadap proses sintesis anoda  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  diperlihatkan pada Gambar 4.7 berikut.



**Gambar 4.7** Grafik EIS *Nyquist plot* hasil sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$

Bentuk dari grafik EIS yang didapatkan, berbentuk *semicircle* dan *slopes*. Dari hasil plotting grafik EIS, dapat diketahui nilai *charge transfer resistance* ( $R_{ct}$ ) yang menyatakan besarnya tahanan suatu elektroda dan tahanan elektrolit ( $R_s$ ) yang digunakan. Dalam grafik tersebut, terlihat bahwa terdapat dua fasa  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dan  $\text{TiO}_2$ . Dimana pada *semicircle* pertama



menunjukkan fasa  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dan *semicircle* kedua milik  $\text{TiO}_2$ . Tabulasi nilai  $R_{ct}$  dan  $R_s$  ditunjukkan pada Tabel 4.7 berikut.

**Tabel 4.7** Nilai  $R_s$  dan  $R_{ct}$  untuk masing-masing variabel

Sampel	$R_s$ (Ohm)	$R_{ct}$ I (Ohm)	$R_{ct}$ II (Ohm)
LTO 180°C	9.82	70.9	81.211
LTO 200°C	12.31	60.5	81.243
LTO 220°C	8.92	55.2	71.201

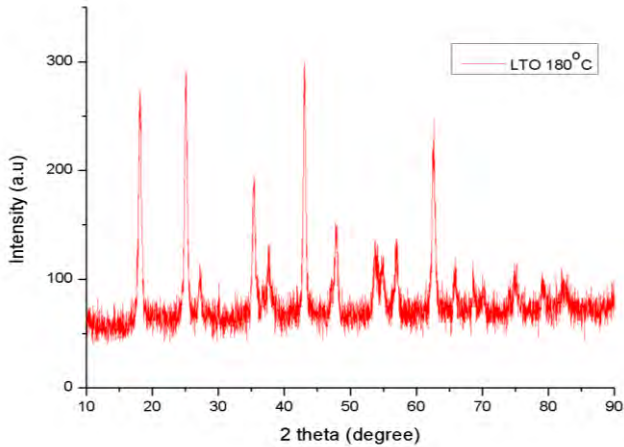
Terdapat perbedaan pada nilai  $R_s$  yang ditampilkan pada Tabel 4.7, nilai  $R_s$  yang menunjukkan nilai hambatan elektrolit seharusnya bernilai sama. Adanya perbedaan ini dapat disebabkan oleh proses *assembly* yang dilakukan masih menggunakan manual, sehingga jumlah elektrolit tidak persis sama yang menyebabkan nilai tahanan berbeda. Dari tabel tersebut, nilai hambatan transfer muatan ( $R_{ct}$ ) terendah terdapat pada sampel dengan variabel temperatur hidrotermal 220°C. Hal ini tidak bersesuaian dengan hasil uji XRD, dimana seharusnya sampel dengan temperatur 200°C yang memiliki diameter *nanowire* paling kecil, sehingga batas antar kristal semakin sedikit, menyebabkan nilai konduktivitas meningkat dan menurunkan nilai  $R_{ct}$ . Hal ini dapat terjadi karena pada kondisi jumlah  $\text{TiO}_2$  tertentu, adanya fasa  $\text{TiO}_2$  dapat menghalangi difusi ion lithium yang menyebabkan nilai konduktivitas menurun (Gao, 2014).

Berdasarkan hasil performa elektrokimia secara keseluruhan, sampel dengan variasi temperatur hidrotermal selama 200°C merupakan material yang paling baik, karena memiliki nilai kapasitas spesifik paling besar, *rate capability* paling baik, serta nilai kapasitansi paling baik.

# LAMPIRAN

## Lampiran 1 Hasil Uji XRD

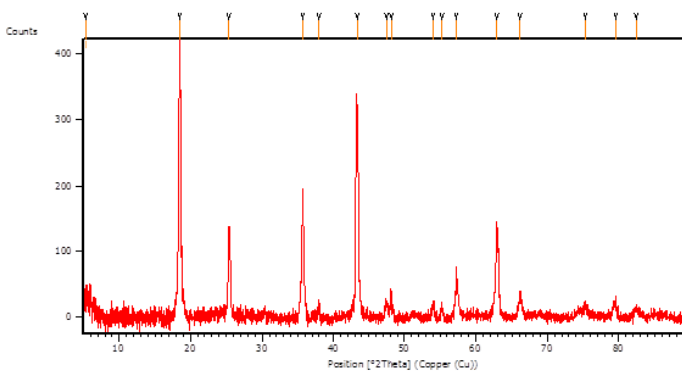
### 1. 180°C 18 Jam



2Theta (deg)	d- spacing (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)
18.1847	4.87451	90	0.4977	132
25.107	3.54403	95	0.4825	138
25.59	3.47823	10	0.24	15
27.2282	3.27256	16	0.422	24
35.3755	2.5353	54	0.452	79
35.937	2.49697	9	0.11	13
36.7829	2.44146	7	0.3867	10
37.6881	2.38488	21	0.455	31
38.3334	2.3462	5	0.2633	7
43.051	2.09939	100	0.4317	146

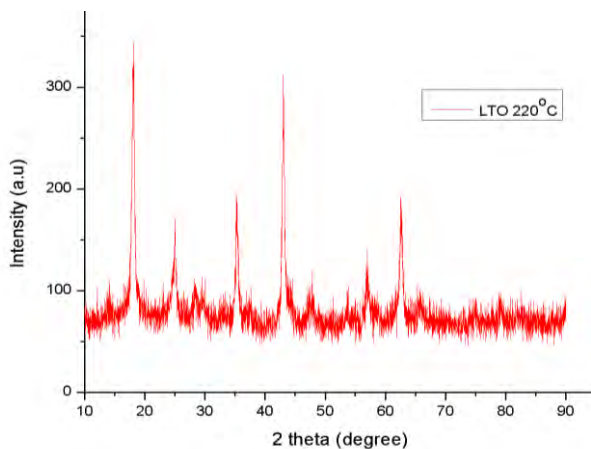
47.1696	1.92524	13	0.32	19
47.8293	1.90021	37	0.48	54
53.7266	1.70472	27	0.42	39
54.1465	1.69249	18	0.39	27
54.8445	1.67259	18	0.5833	27
56.9779	1.61492	29	0.455	42
57.5252	1.60085	5	0.2	7
58.2282	1.58319	3	0.1933	5
58.8447	1.56806	4	0.2	6
60.2642	1.53448	5	0.06	7
60.6424	1.52581	3	0.1433	5
61.2639	1.51181	5	0.08	7
62.597	1.48278	75	0.477	109
65.8525	1.41714	16	0.5	23
75.2798	1.26135	12	0.1866	18
79.1088	1.20962	14	0.42	21
82.053	1.17351	13	0.29	19

## 2. 200°C 18 Jam



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.3283	58.41	0.4015	16.58604	13.74
18.5051	425.10	0.3452	4.85531	100.00
25.3520	130.16	0.2342	3.51324	30.62
35.6852	188.16	0.2342	2.51609	44.26
38.0249	29.61	0.2342	2.36648	6.97
43.3927	303.92	0.3011	2.08537	71.49
47.4618	21.61	0.4015	1.91565	5.08
48.0988	38.94	0.1338	1.89176	9.16
54.0399	22.48	0.2676	1.69698	5.29
55.2295	18.50	0.2676	1.66321	4.35
57.2555	67.76	0.1673	1.60908	15.94
62.9641	137.60	0.2676	1.47624	32.37
66.1421	28.98	0.4684	1.41280	6.82
75.3307	14.81	0.4015	1.26166	3.48
79.5175	25.40	0.2007	1.20542	5.98
82.4063	17.87	0.5353	1.17034	4.20

### 3. 220°C 18 Jam





2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)
18.1119	4.89394	100	0.5078	157
25.011	3.55742	33	0.44	52
25.5101	3.48894	6	0.12	9
27.8213	3.20413	5	0.21	8
35.3226	2.53898	44	0.49	69
35.8771	2.501	6	0.2	9
38.435	2.34023	4	0.12	6
39.3243	2.28934	3	0.1	5
43.0374	2.10003	94	0.4289	148
44.3111	2.04257	11	0.32	17
47.2928	1.92051	8	0.5667	13
47.8792	1.89835	10	0.46	16
54.9129	1.67066	4	0.16	7
55.396	1.65723	3	0.14	5
56.9904	1.6146	20	0.57	31
57.7051	1.59629	6	0.32	10
58.7847	1.56952	6	0.16	9
61.6938	1.5023	6	0.14	9
62.1636	1.49207	12	0.2266	19
62.5954	1.48282	45	0.4504	71
65.4476	1.42493	7	0.31	11
65.8625	1.41695	10	0.26	15
66.1824	1.41087	4	0.38	7
69.2665	1.3554	4	0.13	7
70.796	1.3298	3	0.19	5
79.0888	1.2098	9	0.58	14
82.6011	1.16711	6	0.2067	10

## **Lampiran 2** JCPDS Card

No. 00-049-0207

### **Name and formula**

Reference code: 00-049-0207

**Compound name:** Lithium Titanium Oxide

Empirical formula:  $\text{Li}_4\text{O}_{12}\text{Ti}_5$

Chemical formula:  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$

### **Crystallographic parameters**

Crystal system: Cubic

Space group: Fd-3mE

Space group number: 227

a (Å): 8.3588

b (Å): 8.3588

c (Å): 8.3588

Alpha (°): 90.0000

Beta (°): 90.0000

Gamma (°): 90.0000

Volume of cell ( $10^6 \text{ pm}^3$ ): 584.03

RIR: -

### **Subfiles and quality**

Subfiles: Ceramic  
Inorganic

Quality: Star (S)

### **Comments**

Creation Date: 10/14/1997

Modification Date: 1/11/2011

Sample Preparation: Prepared from "Li3 C O3" and "Li2

Temperature of Data Collection:  
Unit Cell Data Source:

Ti3 O7" at 930 C for 30 hours,  
followed by cooling in air  
Pattern taken at 298 K  
Powder Diffraction.

## References

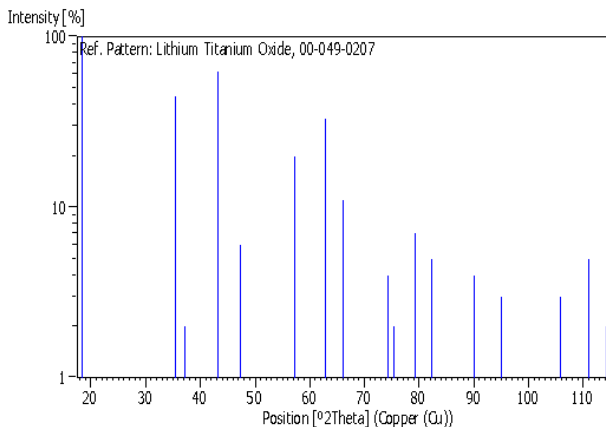
Primary reference:

Tsubone, D., Hashimoto, T.,  
Igarashi, K., Shimizu, T., *J. Ceram.*  
*Soc. Jpn. Inter. Ed.*, 102, 179,  
(1994)

## Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	4.83580	18.332	100.0
2	2	2	0	2.95870	30.182	1.0
3	3	1	1	2.52180	35.571	45.0
4	2	2	2	2.41420	37.213	2.0
5	4	0	0	2.09050	43.243	62.0
6	3	3	1	1.91820	47.353	6.0
7	3	3	3	1.60880	57.215	20.0
8	4	4	0	1.47770	62.837	33.0
9	5	3	1	1.41290	66.075	11.0
10	5	3	3	1.27490	74.343	4.0
11	6	2	2	1.26010	75.367	2.0
12	4	4	4	1.20660	79.346	7.0
13	5	5	1	1.17040	82.318	5.0
14	7	3	1	1.08830	90.113	4.0
15	8	0	0	1.04470	95.011	3.0
16	7	5	1	0.96510	105.909	3.0
17	6	6	2	0.95880	106.912	1.0
18	8	4	0	0.93450	111.033	5.0
19	7	5	3	0.91740	114.208	2.0

## Stick Pattern



No.01-075-2545

Name and formula

Reference code: 01-075-2545

**Mineral name:** Anatase, syn  
**Compound name:** Titanium Oxide

Empirical formula:  $O_2Ti$

Chemical formula:  $TiO_2$

Crystallographic parameters

Crystal system: Tetragonal  
Space group:  $I4_1/amd$   
Space group number: 141

a (Å): 3.7990

b (Å): 3.7990

c (Å): 9.5090

Alpha (°): 90.0000

Beta (°): 90.0000

Gamma (°):	90.0000
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	137.24
Z:	4.00
RIR:	5.01

### Subfiles and quality

Subfiles:	Alloy, metal or intermetallic Common Phase Excipient Forensic ICSD Pattern Inorganic Mineral Pharmaceutical
Quality:	Star (S)

### Comments

ANX:	AX2
Creation Date:	11/20/2008
Modification Date:	1/19/2011
ANX:	AX2
Analysis:	O2 Ti1
Formula from original source:	Ti O2
ICSD Collection Code:	154602
Calculated Pattern Original Remarks:	As prepared Fe doped sample
Wyckoff Sequence:	e b(141/AMDZ)
Unit Cell Data Source:	Powder Diffraction.

### References

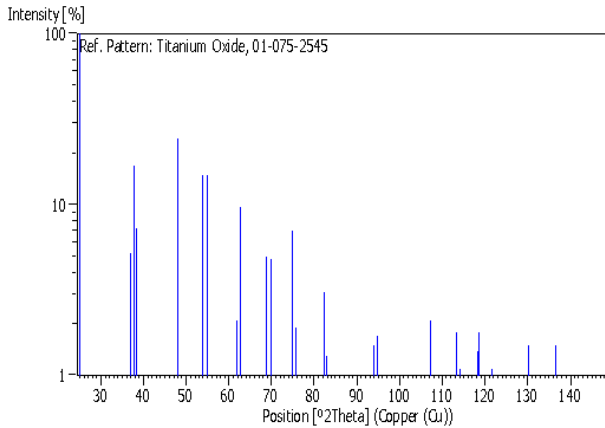
Primary reference:	<i>Calculated from ICSD using POWD-12++</i>
Structure:	Djerdj, I., Tonejc, A.M., <i>J. Alloys Compds.</i> , 413, 159, (2006)

## Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	1	3.52790	25.224	100.0
2	1	0	3	2.43380	36.903	5.2
3	0	0	4	2.37720	37.814	16.9
4	1	1	2	2.33880	38.459	7.3
5	2	0	0	1.89950	47.848	24.5
6	1	0	5	1.70060	53.867	15.0
7	2	1	1	1.67250	54.848	14.8
8	2	1	3	1.49740	61.918	2.1
9	2	0	4	1.48400	62.540	9.7
10	1	1	6	1.36500	68.710	5.0
11	2	2	0	1.34320	69.987	4.8
12	1	0	7	1.27910	74.058	0.4
13	2	1	5	1.26700	74.886	7.1
14	3	0	1	1.25520	75.713	1.9
15	0	0	8	1.18860	80.793	0.2
16	3	0	3	1.17600	81.842	0.4
17	2	2	4	1.16940	82.404	3.1
18	3	1	2	1.16470	82.809	1.3
19	2	1	7	1.06100	93.106	0.4
20	3	0	5	1.05400	93.913	1.5
21	3	2	1	1.04720	94.713	1.7
22	1	0	9	1.01790	98.358	0.9
23	2	0	8	1.00760	99.723	0.5
24	3	2	3	0.99990	100.776	0.4
25	3	1	6	0.95740	107.138	2.1
26	4	0	0	0.94980	108.390	1.0
27	3	0	7	0.92630	112.524	0.1
28	3	2	5	0.92170	113.386	1.8
29	4	1	1	0.91710	114.266	1.1
30	2	1	9	0.89720	118.311	1.4
31	1	1	10	0.89640	118.482	1.8
32	2	2	8	0.89010	119.859	0.4
33	4	1	3	0.88480	121.055	0.3
34	4	0	4	0.88200	121.702	1.1
35	3	3	2	0.88000	122.171	0.3
36	4	2	0	0.84950	130.125	1.5
37	1	0	11	0.84290	132.091	0.3
38	4	2	2	0.83620	134.202	0.1
39	3	2	7	0.83260	135.389	0.2
40	4	1	5	0.82920	136.549	1.5

41	3	0	9	0.81130	143.414	0.5
42	4	2	4	0.79990	148.729	1.8

## Stick Pattern



### **Lampiran 3** Perhitungan Parameter Kisi Sampel dengan temperatur 200°C

$$h \quad k \quad l \quad d \text{ spacing}$$

$$1 \quad 1 \quad 1 \quad 4.79478$$

Rumus untuk kubik

$$\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} = \frac{1}{d^2}$$

Menentukan parameter kisi a, b, c

$$\frac{1^2 + 1^2 + 1^2}{a^2} = \frac{1}{4.79478^2}$$

$$a = 8.304803$$

$$a=b=c= 8.304803$$

#### **Lampiran 4** Perhitungan Ukuran Kristal

Rumus untuk menghitung kristal size

$$D = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta}$$

Menggunakan puncak dengan intensitas tertinggi

D = kristal size

$\lambda$  = panjang gelombang (CuK $\alpha$ )

$$B = \sqrt{Bm^2 - Bs^2} \text{ (radian)}$$

$$Bs = 0.084$$

#### **Contoh :**

Sampel dengan temperatur 200°C

$$2\theta = 18.5051 \quad \theta = 9.2526$$

$$B = \sqrt{Bm^2 - Bs^2} = \sqrt{0.3452^2 - 0.084^2} \times 0.0174533 \text{ radian}$$

$$B = 0.005843 \text{ radian}$$

$$D = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta} = \frac{0.9 \times 1.54056}{0.005843 \cos 9.2526} = 24.042 \text{ nm}$$

#### **Lampiran 5** Perhitungan Kapasitas Baterai

Rumus menghitung kapasitas :

$$C = \frac{ixt}{m}$$

i = arus ( ampere )

t = waktu ( jam )

m = massa ( gram )



**Contoh :**

perhitungan untuk sampel 18 jam dengan c-rate 0.1C pada siklus pertama

$$C = \frac{ixt}{m}$$

$$C = \frac{0.0000131 \times 28.5 \times 10^3}{0.0028 \times 3600} = 3.71 \times 10^{-2} \text{ mAh / g}$$

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil analisa data dan pengujian yang dilakukan pada penelitian ini, bahwa dengan proses hidrotermal, telah berhasil mensintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dengan *dual phase* bersama  $\text{TiO}_2$ . Pada sampel variabel temperatur  $200^\circ\text{C}$  menghasilkan puncak difraksi dengan intensitas tertinggi yang mengindikasikan fasa kristalin yang lebih banyak. Pengujian SEM menunjukkan pada temperatur  $200^\circ\text{C}$  terbentuk morfologi *nanowire* dengan diameter paling kecil dan paling panjang. Fasa kristalin pada anoda berpengaruh terhadap hasil pengujian performa elektrokimia yang ditunjukkan oleh hasil pengujian charge/discharge yang menunjukkan nilai kapasitas spesifik mencapai  $93.222 \text{ mAh/g}$  pada C-rate 0.1C dan kemudian mengalami penurunan menjadi  $25.783 \text{ mAh/g}$  pada C-rate 5C. Hal ini mengindikasikan material anoda mampu menahan reaksi redoks selama 30 siklus. Namun, hasil yang berbeda didapatkan pada pengujian EIS, dimana sampel dengan temperatur hidrotermal  $220^\circ\text{C}$  yang justru memiliki nilai  $R_{ct}$  paling rendah, yakni sebesar  $55.2 \text{ Ohm}$ . Hal ini menyebabkan nilai konduktivitas sampel  $220^\circ\text{C}$  paling tinggi. Namun, secara keseluruhan, anoda  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dengan temperatur hidrotermal  $200^\circ\text{C}$  memiliki potensi besar sebagai material anoda untuk baterai ion lithium.

#### **5.2 Saran**

Beberapa saran yang dapat penulis berikan untuk penelitian selanjutnya mengenai sintesis anoda  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  *nanowire* adalah sebagai berikut :

1. Untuk penelitian selanjutnya, perlu adanya penelitian terkait pengaruh massa prekursor terhadap hasil sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$
2. Meningkatkan ketelitian dalam proses reaksi pada masing-masing tahapan pembuatan anoda  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  agar dapat menghasilkan LTO sesuai yang diinginkan tanpa ada pengotor sedikitpun

3. *Teflon line autoclaved* yang digunakan harus tertutup rapat dan steril, karena akan dapat mempengaruhi hasil sintesis
4. Komposisi binder yang digunakan sebaiknya ditingkatkan, karena mempengaruhi daya rekat pada *current collector*
5. Berat material aktif anoda harus lebih diperhatikan, karena dapat mempengaruhi kapasitas spesifik yang dihasilkan

## DAFTAR PUSTAKA

- Armand, M., Tarascon, J.M. *Building better Batteries*. Nature 2008, 451, 652-657.
- Armand, M., Tarascon, J.M. *Issues and Challenges Facing Rechargeable Lithium Batteries*. Nature. 2001 Nov 15; 414 (6861): 359-67.
- Bambang Prihandoko. 2007. *Pemanfaatan soda lime silica dalam pembuatan komposit elektrolit baterai lithium*. Disertasi FT Universitas Indonesia.
- B. Scrosati, J. Garche, *Review Lithium Batteries: status, prospect, and future*. J. Power Sources 195 (2010) 241-243.
- Byrappa, K., Yoshimura, M. 2001. *Handbook of Hydrothermal Technology: A Technology for Crystal Growth and Materials Processing*. Noyes Publications, New Jersey, USA.
- C.-H Hong, A. Noviyanto, J.H Ryu, J. Kim, D.-H Yoon. *Effects of the starting materials and mechanochemical activation on the properties of solid-state reacted  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  for lithium ion batteries*. Ceramics International, 2012, 38, 301
- C.Q Feng, L.Li, Z.P.Guo, D.Q Shi, R.Zeng, X.J Zhu. *Synthesis and Properties of Li-Ti-O Spinel*. Journal of Alloys and Compounds, 478, 2009, 767-770.
- Cui, Yi., C.K Chan. *Nanowire Lithium ion Batteries as Advanced Electrochemical Energy Storage*. Nature Nanotechnology (2007) 3, 31.
- David, Linden. (2005). *Handbook of Battery 3rd Edition*. Mc Graw Hill : New York.
- Dewi, Raras. 2015. *Optimasi sintesis  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  dengan Penambahan  $\text{LiOH.H}_2\text{O}$  untuk Anoda Baterai ion Lithium*. UIN Syarif Hidayatullah. Jakarta.
- Dongliang Chao, Xinhui Xia, Jilei Liu, Zhanxi Fan, Chin Fan Ng, Jianyi Lin, Hua Zhang, Ze Xiang Shen, Hong Jin Fan. *Lithium-Ion Batteries: A  $\text{V}_2\text{O}_5/\text{Conductive-Polymer}$*

- Core/Shell Nanobelt Array on Three-Dimensional Graphite Foam: A High-Rate, Ultrastable, and Freestanding Cathode for Lithium-Ion Batteries.* Advanced Materials, 2014, Vol 26, Issue 33, 5733.
- E. Vinodkumar, M. Rotemm, E. Ran, S. Gregory and A. Doron. *Challenge in the Development of Advanced Li-ion Batteries.* Energy Environ, 2011, 4, 3242-3262.
- Guo-rong, H., Xin-long, Z., Zhong-dong, P. 2011. *Preparation and electrochemical performance of tantalum-doped lithium titanate as anode material for lithium-ion battery.* Transactions of Nonferrous Metals Osciety of China, 21, 2248-2253.
- Hao Y.J., Lai Q.Y., Liu D.Q., Xu Z U., and Ji X.Y. *Synthesis by citric acid sol-gel method and electrochemical properties of  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  anode material for lithium-ion battery.* Mutter. Chem. Phys. 2005, 94 (2-3 : 382.
- H.G.Jung., J.Kim., B. Scrosati., Y-K.Sun. Journal Power Sources 196 (2011) 7763-7766.
- Hui Yan, Zhi Zhu, Ding Zhang, Wei Li, Qilu. *A New Hydrothermal Synthesis of Spherical  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  Anode Material for Lithium-ion Secondary Batteries.* Journal of Power Sources, 219 (2012), 45-51.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam : struktur, sintesis, dan sifat-sifatnya.* ITB, Bandung.
- Junjie Niu, Akihiro Kushima, Mingda Li, Ziqiang Wang, Wenbin Li, Chao Wang and Ju Li. *Scalable synthesis of a sulfur nanosponge cathode for a lithium-sulfur battery with improved cyclability.* Journal of Materials Chemistry A 2 (2014) 19788-19796.
- Kingo Ariyoshi, Ryoji Yamato, Tsutomu Ohzuku. *Zero-strain Insertion Mechanism of  $\text{Li}[\text{Li}_{1/3}\text{Ti}_{5/3}]\text{O}_4$  for Advanced Lithium-ion (shuttlecock) Batteries.* Electrochimica Acta, 51, 2005, 1125-1129.
- Liao, Jin-Yun., Chabot, Victor., Gu, Meng., Wang, Chongmin, et

- al. Dual Phase  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ - $\text{TiO}_2$  Nanowire Arrays as Integrated Anodes for High-Rate Lithium-ion Batteries.* Nano Energy (2014) 9, 383-391.
- Liu, Jingyuan., Shen, Yue., Chen, Long., Wang, Yonggang., Xia, Yongyao. *Carbon Coated  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  Nanowire with High Electrochemical Performance under Elevated Temperature.* Electrochimica Acta 156 (2015) 38-44.
- Marcy Lowe, Saori Takouka, dkk. 2010. *Lithium-ion Batteries for Electric Vehicles.* CGGC U.S Value Chain
- Martin Winter, Ralph J. Brodd. *What are Batteries, fuel cells, and Supercapacitors?.* Chem Rev. 2004, 104, 4245-4269.
- M. Vijayakumar, S. Kerisit, K.M. Rosso, S.D. Burton, J.A. Sears, Z.G. Yang, G.L. Graff, J.Liu, J.Z.Hu, J. Power Sources 196 (2011) 2211–2220.
- Perego, C., Villa P. 1997. *Catalyst Preparation Methods.* Catalysis Today, 34, 281-305.
- Priyono, Bambang., Syahrial, Anne Zulfia., Yuwono, Akhmad Herman, *et al. Synthesis of Lithium Titanate ( $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ ) through Hydrothermal Process by Using Lithium Hydroxide ( $\text{LiOH}$ ) and Titanium oxide ( $\text{TiO}_2$ ) Xerogel.* International Journal of Technology (2015) 4: 555-564.
- R. Dominko, M. Bele, M. Gaberscek, M. Remskar, D. Hanzel, S. Pejovnik, J. Jamnik, J. Electrochem. Soc. 152 (2005) A607–A610.
- Sandhya, C.P., John, Bibin., Gouri, C. *Lithium titanate as Anode Material for Lithium-ion Cells : A Review.* Ionics (2014) 20: 601-620.
- Satrio, Aro Wibowo. 2012. *Analisis Konsumsi Energi Menggunakan Profil Kecepatan Pada Kendaraan Listrik.* Skripsi. Universitas Indonesia.
- Sibiryakov, R.V., Kudryavtsev, E.N., Kir'yanov, B.V., Agafonov, D.V., *et al.* 2013. *Hydrothermal Synthesis and Study of  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  as Anodic Material.* Chemistry and Chemical Technology.
- Subhan, Achmad. 2011. *Fabrikasi dan Karakteristik  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$*

- untuk bahan Anoda Baterai Lithium Keramik. Tesis: Universitas Indonesia.
- Wen, R. 2012. *Nanostructured  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  as Anode Material for Lithium Ion Batteries*. Thesis. University of New South Wales.
- Wenquan Lu, Andrew Jansen, Dennis Dees, Paul Nelson, Nicholas R. Veselka, Gary Henriksen. *High-energy Electrode Investigation for Plug-in Hybrid Electric Vehicles*. J. Power Sources 196 (2011) 1537-1540.
- Wietelman, U; Bauer, RJ. 2000. *Lithium and Lithium Compounds*. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. ISBN 3-527-30673-0.
- X.Hu, Z.Lin, K.Yang, Y.Huai, Z.Deng, *Electrochimica Acta* 56 (2011) 5046–5053.
- Y.G. Wang, H.M. Liu, K.X. Wang, H. Eiji, Y.R. Wang, H.S. Zhou, J. Mater. Chem. 19 (2009) 6789–6795.
- Y.-H. Yin, S.-Y. Li, Z.-J. Fan, X.-L. Ding, S.-T. Yang, Mater. Chem. Phys. 130 (2011) 186–190.
- Yirong Lin, Yingtao Liu, Henry A. Sodano. *Hydrothermal Synthesis of Vertically Aligned Lead Zirconate Titanate Nanowire Arrays*. Journal Applied Physics Letters, 2009, Vol 95, Issue 12.
- Zhao, Bote., Ran Ran., *et al.* *A comprehensive review of  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  based electrodes for lithium-ion batteries: The latest advancements and future prespectives*. Materials Science and Engineering R 98 (2015) 1-71.

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Wira Rosadi May Saka yang dilahirkan di Jember pada tanggal 25 Mei 1994. Penulis pernah menjalani pendidikan formal di SDN Pagerwojo 2, SMP Negeri 5 Sidoarjo, dan SMA Negeri 1 Sidoarjo. Penulis merupakan mahasiswa aktif Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS pada tahun masuk 2012.

Selama menjalankan pendidikan di kampus ITS Surabaya, penulis berpartisipasi aktif dalam Dewan Perwakilan Mahasiswa FTI-ITS. Selain itu, penulis juga aktif dalam berbagai kepanitiaan yang diadakan oleh kampus, seperti ITS EXPO dan GERIGI ITS. Penulis juga aktif dalam aktifitas akademik sebagai asisten laboratorium Kimia Analitik selama dua tahun. Selama berkuliah, penulis telah menulis sebanyak empat karya ilmiah yang didanai Dikti dalam ajang Program Keilmiah Mahasiswa (PKM).

Alamat penulis saat ini adalah Perumahan Magersari Permai AM-14B RT 43/07, Kelurahan Magersari, Kabupaten Sidoarjo, Jawa Timur. Penulis dapat dihubungi melalui alamat email : [rosadiwira@gmail.com](mailto:rosadiwira@gmail.com)